

Die röntgenographische und optische
Gefügeanalyse von Erzen, insbesondere
mit dem Zählrohr-Texturgoniometer

Habilitationsschrift

zur Erlangung der Venia legendi
an der Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Friedrich-Alexander-Universität
in Erlangen

vorgelegt von

Kurt v. Gehlen

1960

Druck der Universitätsdruckerei H. Stürtz AG., Würzburg

Dekan: Univ.-Prof. Dr. W. SPECHT

1. Berichterstatter: Univ.-Prof. Dr. TH. ERNST, Erlangen

2. Berichterstatter: Univ.-Prof. Dr. D. SCHACHNER, Aachen

Tag des Colloquiums: 28. 5. 1960

Tag der Probevorlesung: 25. 6. 1960

Sonderdruck aus

Beiträge zur Mineralogie und Petrographie, Band 7, Heft 5, S. 340—388 (1960)

Springer-Verlag, Berlin · Göttingen · Heidelberg

Aus dem Mineralogischen Institut der Universität Erlangen

**Die röntgenographische und optische Gefügeanalyse von Erzen,
insbesondere mit dem Zählrohr-Texturgoniometer***

Von

KURT V. GEHLEN

Mit 34 Textabbildungen

(Eingegangen am 20. Juni 1960)



* Der Naturwissenschaftlichen Fakultät der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen als Habilitationsschrift vorgelegt.

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Abstract	341
Einleitung	341
I. Röntgenographische Methoden der Gefügeanalyse, insbesondere Zählrohrmethoden	343
1. Übersicht	343
2. Zählrohrmethoden	343
3. Benutzte Apparatur	344
4. Intensitätsverhältnisse beim Reflexionsverfahren nach L. G. SCHULZ	345
5. Fehlerquellen der Probenform und -zusammensetzung	347
a) „Formeffekt“ bei zu kleinen Proben	347
b) Intensitätsverhältnisse bei Proben mit mehreren Kristallarten	348
c) Fehlerquellen bei statistischer Kornverteilung	349
d) „Verteilungseffekt“ bei nichtstatistischer Kornverteilung	350
6. Ermittlung der Intensitäten aus Registrierkurven	351
a) Kurven mit getrennten Einkristallmaxima	352
b) Kurven ohne unterscheidbare Einkristallmaxima	355
c) Bedeutung des Abstandes der Registrierspiralen bzw. -kleinkreise auf der Lagekugel	357
7. Weitere Bedingungen für die Probenbeschaffenheit	358
a) Kornzahl und Korngröße	358
b) Oberflächenzustand der Probe	360
8. Apparative Fehlerquellen	360
a) Mangelhafte Justierung der Probe	360
b) Weitere apparative Fehlerquellen, insbesondere der Blendenöffnungen	362
9. Wege der Darstellung der Meßergebnisse	364
10. Problem der Erfassung der Randzonen des Gefügediagramms	367
11. Nachweisbarkeitsgrenze der Gefüge von Einzelmineralen	367
12. Bedingungen für die Wahl der zu messenden Reflexe	368
II. Mikroskopische Methoden der Gefügeanalyse von Erzen	370
1. Übersicht	370
2. Integrierende Methoden	371
3. „Kristallographische“ Methoden	372
4. Auswertung optischer Daten	372
a) Messung der Bireflexion	373
b) Eichkurven für die Bireflexionsmethode	375
c) Herstellung der Eichpräparate	376
d) Klärung der Zweideutigkeit der Meßergebnisse	377
e) Photometrische Messung der Anisotropieeffekte	378
f) Messung des Schwingungszustandes des reflektierten Lichtes	379
g) Konoskopische Methode („Hyperbelmethode“ nach TH. ERNST)	380
5. Methoden mit chemischer Vorbehandlung der Schiffe	381

III. Schluß.	Seite 382
Zusammenfassung	384
Literatur	385

Abstract

Quantitative determinations of preferred orientation of opaque minerals have been made only in a few cases by measuring cleavage faces (galena, D. SCHACHNER-KORN). In this paper several methods are investigated critically which are likely to allow the determination of pole figures of ore minerals in a reasonable time. In the first part the special difficulties are discussed which occur in measurements of preferred orientation with X-ray pole figure goniometers (reflection method by L. G. SCHULZ) when the specimen consists of more than one mineral, when the mineral investigated is coarse-grained, and when the specimen is small. A critical discussion of instrumental errors is included. This method can now also be applied to the determination of preferred orientation in rocks, ceramic materials, etc. In the second part optical methods are given which include the construction of pole figures from measurements of bireflection and polarization figures of uniaxial minerals in reflected light. Examples of pole figures of pyrrhotite, hematite, pyrite, sphalerite, and chromite are given.

Einleitung

Während *qualitative* Angaben über Gefügeregelungen von opaken Mineralen schon verschiedentlich gemacht und zum Teil mit Nutzen ausgewertet worden sind — es seien hier nur als Beispiele die Arbeiten von H. SIMONS⁹⁰, H. HUTTENLOCHER⁵² und P. RAMDOHR^{74, 75} angeführt —, sind *quantitative* Kornorientierungsmessungen an Erzen bisher praktisch nur von D. SCHACHNER-KORN durchgeführt worden, die 1933 schon die damals möglichen Methoden der Lagebestimmung zusammenfassend behandelte (D. KORN^{56, 57}).

In der vorliegenden Arbeit soll eine neue Methodik der Erzgefügeanalyse ausgearbeitet werden, die den seither durch die Entwicklung verbesserter Apparaturen wesentlich erweiterten Möglichkeiten Rechnung trägt. Dabei sollen vor allem die *quantitativen* Meßmethoden behandelt werden, soweit sie nicht schon ausführlich von D. KORN dargestellt wurden.

Von D. KORN wurde vor allem die Methodik der Einmessung „kristallographischer“ Elemente (Spaltflächen, Zwillingslamellen usw.) unter dem Mikroskop entwickelt; für andere *optische* Methoden waren die apparativen Möglichkeiten damals noch nicht gegeben. Die *röntgenographische* Gefügeuntersuchung geologischer Körper stand erst am Anfang; gerade 3 Jahre vorher hatte B. SANDER zusammen mit G. SACHS seine grundlegende Arbeit „Zur röntgenoptischen Gefügeanalyse von Gesteinen“⁸² veröffentlicht. So konnte D. KORN kaum mehr als einen Ausblick auf die mögliche Weiterentwicklung dieser Methoden geben.

Vor 1933 sind nur mikroskopische Messungen der Schnittlage von *Einzelkristallen*, von Zwillingsgesetzen oder von orientierten Verwachsungen verschiedener opaker Minerale durchgeführt worden. Als Beispiele seien hier die zahlreichen älteren Arbeiten über die Eisenmeteoriten (vgl. die Zusammenstellung von M. H. HEX⁴⁷) und die Untersuchungen an orientierten Anschliffen von Kupferglanz durch H. SCHNEIDERHÖHN⁸⁵, S. 213 ff., genannt.

Die Einmessung „kristallographischer“ Elemente ist jedoch nur bei einem kleinen Teil der interessierenden Erzminerale für exakte Orientierungsbestimmungen anwendbar. Dies ist der Grund dafür, daß außer in den späteren Arbeiten von D. KORN am Bleiglanz (D. SCHACHNER-KORN^{83, 84}) fast keine weiteren quantitativen Gefügeanalysen von Erzen durchgeführt worden sind. Es waren also vor allem methodische Gründe, die bisher die Weiterentwicklung der „Erzgefügeforschung“ verhindert haben.

Wegen der schwierigen Auswertung der röntgenographischen Verfahren mit photographischer Registrierung ist auch die Zahl der seit SANDER u. SACHS erschienenen *röntgenographischen* Gefügearbeiten an *durchsichtigen* Mineralen sehr gering geblieben. Die optische Einmessung erschien hier bei ausreichender Korngröße viel vorteilhafter, insbesondere mit Universaldrehtisch und Drehkonoskop. An Derberzen fehlten röntgenographische Orientierungsbestimmungen bis 1959 völlig (vgl. auch den Fortschrittsbericht der Gefügekunde von P. PAULITSCH⁷², in dem allerdings die neueren ausländischen Arbeiten auf dem Gebiet der Metallkunde nicht vollständig erfaßt sind).

Erst im Jahre 1959 haben — wenn man von einer kurzen Mitteilung des Verfassers (K. v. GEHLEN³⁷) über optische Methoden der Gefügeanalyse von Erzen absieht — neue Methoden Eingang in die Gefügekunde der Erze und damit allgemein der geologischen Körper gefunden. Unabhängig voneinander wurden sowohl von NEFF u. PAULITSCH^{68, 69}, im Institut von Frau Prof. SCHACHNER-KORN in Aachen (bisher unveröffentlicht) und vom Verfasser (K. v. GEHLEN³⁸) Gefügemessungen auf röntgenographischem Wege mit *Zählrohr-Texturgoniometern* begonnen, wie sie in der Metallkunde im Prinzip schon vor 10 Jahren entwickelt wurden. Man kann damit in annehmbarer Zeit quantitative Gefügediagramme („Polfiguren“) erhalten.

Bestimmungen des Regelungsgrades von Quarz und Glimmer für einzelne Richtungen in Gesteinen wurden von M. CARAPEZZA¹⁹ schon mit einem normalen Zählrohrgoniometer ausgeführt; die Einregelung der Basisflächen von Glimmern in die *s*-Fläche untersuchten neuerdings SILVERMAN und BATES⁸⁹ mit einem Texturgoniometer. In beiden Fällen wurden jedoch nur Teilbestimmungen durchgeführt und keine Gefügediagramme konstruiert.

Gerade am Beginn einer Serie von Untersuchungen mit einer neuen Methode sollte aber eine eingehende Betrachtung über ihre grundsätzlichen *Aussagemöglichkeiten* für die Feststellung von Erz- und Gesteinsgefügen und über ihre Fehlerquellen stehen. Es soll deshalb im folgenden versucht werden, die mit der Anwendung des Texturgoniometers verbundenen Probleme möglichst erschöpfend zu behandeln, die sich von denen des normalen Zählrohrgoniometers zum Teil wesentlich unterscheiden. Es wird dabei eine exakte Formulierung der Grundlagen angestrebt, aus denen dann für eine Gefügeanalyse zulässige Vereinfachungen abgeleitet werden sollen. Es wird sich zeigen, daß bei der Untersuchung geologischer Objekte eine ganze Reihe zusätzlicher Schwierigkeiten gegenüber den bisherigen Arbeiten in der Metallkunde auftreten, wo meist nur kubische und durchweg sehr scharf geregelte Metalle in Proben ohne Fremdkomponenten untersucht worden sind.

In letzter Zeit haben sich außerdem neue Möglichkeiten für *optische* Gefügeuntersuchungen im Auflicht ergeben (bessere Erzmikroskope, verschiedene Lichtmeßeinrichtungen, Entdeckung der „konoskopischen“ Bilder im Auflicht usw.), so daß auch hier eine neue Behandlung der Methodik angebracht erscheint.

Zwar liefert die Einmessung optischer Daten im Auflicht (z. B. der Bireflexion) praktisch nur die Lagen der *optischen Achsen einachsiger Erzminerale* im Raum. Wenn jedoch für eine röntgenographische Bestimmung der Regelung dieser Richtungen geeignete Basisreflexe fehlen, dann können gerade solche optischen Messungen eine wertvolle Ergänzung zur röntgenographischen Gefügeanalyse liefern. Oft erlauben sie auch schon allein — wie im Durchlicht — wichtige Aussagen, zumal manche einachsige Erzminerale bevorzugt nach der Basis eingeregelt sind.

I. Röntgenographische Methoden der Gefügeanalyse, insbesondere Zählrohrmethoden

1. Übersicht

Es ist nicht beabsichtigt, in dieser Arbeit alle grundsätzlich für die Gefügeanalyse von Erzen anwendbaren röntgenographischen Methoden zu behandeln. Es sollen vielmehr nur die dem Verfasser als am zweckmäßigsten erscheinenden Verfahren eingehend besprochen und — wo nötig — weiter entwickelt werden, insbesondere wenn dies in der bisherigen Literatur noch nicht in genügendem Maße geschehen ist.

Deshalb wird hier darauf verzichtet, noch einmal auf die in den wenigen älteren röntgenographischen Gefügeanalysen von Gesteinen angewandten *photographischen* Methoden einzugehen. Es kann hierzu schon im deutschsprachigen Schrifttum auf eine Reihe von Zusammenstellungen verwiesen werden, etwa in den Büchern von G. WASSERMANN⁹⁸, R. GLOCKER⁴², B. SANDER⁸⁰ und H. NEFF⁶⁷ oder in der Arbeit von O. BRAITSCH¹³. Zur Anwendung auf geologische Objekte soll außerdem das Buch von H. W. FAIRBAIRN³⁴ genannt werden.

Wenn das Gefüge nicht nur qualitativ, sondern auch *quantitativ* erfaßt werden soll, dann gilt als Ziel einer Gefügeanalyse und Grundlage für die weitere Auswertung (Gefügesynthese) allgemein die *Konstruktion eines Gefügediagrammes*. Darin wird die Verteilung der jeweils betrachteten Kristallrichtung im Raume in einer Projektion der halben Lagekugel dargestellt. Eine solche Konstruktion ist jedoch bei den bisherigen photographischen Verfahren (Laue-Methode, monochromatische Flach- und Kegelmessverfahren usw.) ziemlich umständlich und durchweg nur aus einer größeren Anzahl von Aufnahmen möglich.

Dagegen sind in letzter Zeit in der Metallkunde eine Reihe von *Zählrohrverfahren* entwickelt worden, die in eleganter Weise eine fast unmittelbare Aufnahme großer Teile von Gefügediagrammen erlauben. Für die Untersuchung von Erzgefügen kommen davon vor allem die Rückstrahlverfahren in Frage, weil man hier meist mit relativ dicken Proben arbeiten muß.

Noch eleganter wäre eine direkte Photographie der Intensitätsverteilung auf der Lagekugel, für die spezielle Röntgenkammern und Aufnahmeverfahren zuerst von W. E. DAWSON²³ und in anderer Weise von O. KRATKY⁵⁹ angegeben worden sind (vgl. auch SMOLUCHOWSKI und TURNER⁹²). Diese Methoden erfordern jedoch für die quantitative Auswertung genaue Intensitätsbestimmungen aus der Filmschwärzung und erfassen außerdem nur Teile der Lagekugel, so daß ihnen die Zählrohrverfahren — zumindest beim augenblicklichen Stand der Entwicklung — doch vorzuziehen sind.

2. Zählrohrmethoden

Die erste Durchstrahlmethode wurde von DECKER, ASP und HARKER²⁴ angegeben, das meist angewandte Rückstrahlverfahren von L. G. SCHULZ⁸⁷. Einige methodisch wichtige ergänzende Arbeiten meist amerikanischer Autoren aus den folgenden Jahren sollen an entsprechender Stelle zitiert werden. In Deutschland ist vor allem das Zählrohrgoniometer von BUNK, LÜCKE und MASING¹⁵ zu erwähnen, von dem das Texturgoniometer der Firma Siemens & Halske von H. NEFF⁶⁴ eine Weiterentwicklung darstellt unter Benutzung des Gedankens von A. N. HOLDEN⁵⁰, eine spiralförmige Abtastung der Lagekugel vorzunehmen. Eine andere Probenhalter-Konstruktion wurde von GREWEN, SEGMÜLLER und WASSERMANN⁴⁴ mitgeteilt*. Auch im russischen Schrifttum wurden ähnliche Goniometer beschrieben (z. B. Gerät „URS-501“).

* Weitere Konstruktionen siehe F. HAESSNER⁴⁵, S. 1100. — Die Möglichkeit, schon mit einem normalen Zählrohrgoniometer Daten über die Regelung einer Kristallart für bestimmte Raumrichtungen zu erhalten, behandelte M. CARAPEZZA¹⁹; er verglich die Intensitäten einzelner Reflexe in Messungen an orientierten Schnitten mit denen an Pulverpräparaten des gleichen Materials.

Eine ältere Übersicht über die verschiedenen Zählrohrverfahren gab A. H. GEISLER³⁹; eine neuere liegt von F. HAESSNER⁴⁵ vor.

Bei diesen Zählrohrverfahren wird jeweils ein einzelner Reflex eingestellt und dann bei konstantem Glanzwinkel die Probe in bestimmter Weise um den Goniometermittelpunkt bewegt, so daß die Normale der zur Reflexion kommenden Gitterebenen große Teile der Lagekugel abfährt. Diese Verfahren sind dadurch in der Lage, praktisch direkt die gewünschten quantitativen Gefügediagramme für die betreffenden Kristallrichtungen zu liefern. Es ist deshalb nicht verwunderlich, daß F. HAESSNER⁴⁵ bereits 12 verschiedene Untersuchungstechniken anführt; meist wird dabei mit Intensitätsregistrierung über einen Schreiber gearbeitet.

Keine der einzelnen Zählrohrmethoden erfaßt jedoch schon mit einer einzigen Messung das gesamte Gefügediagramm; beim Durchstrahlverfahren ist das Zentrum, beim Rückstrahlverfahren nach L. G. SCHULZ die Randzone nicht ausmeßbar. Für die Konstruktion eines vollständigen Gefügediagramms ist deshalb eine Kombination der Ergebnisse einer Durchstrahl- und einer Rückstrahlmessung oder etwa von Rückstrahlmessungen an mehreren Schnitten nötig. Für Erzgefügeuntersuchungen reicht aber meist schon eine einzige Messung nach der Rückstrahlmethode von L. G. SCHULZ aus, wobei dann auf einen schmalen Streifen am Rand verzichtet wird.

Für die *Probenbewegung* bestehen bei den *Rückstrahlverfahren* zwei bevorzugte Möglichkeiten bei Untersuchung ebener* Proben: 1. kann man die Probenoberfläche *und* die Kippachse *senkrecht* zur Ebene des Röntgenstrahls anordnen (Verfahren von FIELD u. MERCHANT³⁶); 2. kann die Kippachse *in* die Ebene des Röntgenstrahls gelegt werden (Verfahren von L. G. SCHULZ⁸⁷). Von diesen ist das zweite Verfahren dem ersten aus zwei wichtigen Gründen überlegen:

a) Man kann die Probe bei SCHULZ beliebig weit kippen, bei FIELD u. MERCHANT dagegen nur bis zum Winkel ϑ , weil dann entweder der einfallende oder der reflektierte Strahl die Probenoberfläche berührt. (Außerdem bleibt beim Verfahren von SCHULZ der Strahlengang innerhalb des endlichen Eindringbereiches in der Probe *symmetrisch*).

b) Bei der Methode von SCHULZ ist im Idealfall *keine Intensitätskorrektur* in Abhängigkeit vom Kippwinkel φ oder vom Glanzwinkel ϑ erforderlich, wenn genügend dicke (praktisch undurchlässige) Proben verwandt werden (über Einschränkungen s. Kapitel I, 4 bis I, 6).

3. Benutzte Apparatur

Für die vorliegende Untersuchung stand ein Röntgen-Texturgoniometer der Firma Siemens & Halske AG (Wernerwerk, Karlsruhe) zur Verfügung, wie es von H. NEFF^{64, 65} entwickelt und beschrieben wurde. In Reflexionsstellung arbeitet es nach dem Verfahren von L. G. SCHULZ⁸⁷. Es ermöglicht eine spiralförmige Abtastung der Lagekugel durch gleichzeitige Bewegung der Probe um zwei Drehachsen (Abb. 1). Außerdem wird die Probe während der Messung laufend um $\pm 7,5$ mm in sich verschoben. Dadurch wird die vom Röntgenbündel beschriebene Probenoberfläche und damit die erfaßte Kornzahl wesentlich vergrößert (in ähnlicher Weise schon von SANDER u. SACHS⁸² angewandt).

Wenn nicht anders im Text oder bei den Abbildungen vermerkt ist, wurden folgende Bewegungsbedingungen eingehalten: Umdrehung der Probe um ihre Normale N mit $\psi = 360^\circ$ in 12 min (durch je 1 Zahn des Schaltklinkengetriebes nach jeder Parallelverschiebung,

* Verfahren mit gekrümmten Probenoberflächen sollen hier nicht behandelt werden.

während der das ψ konstant bleibt). Gleichzeitig Neigung der Probe um $\varphi = 5^\circ$ in 12 min, Spiralabstand also $\Delta\varphi = 5^\circ$. Bewegung des Registrierpapiers im Kompensationsschreiber mit 300 mm/h = 5 mm/min. Eine volle Umdrehung um N mit gleichzeitiger Neigung um $\Delta\varphi = 5^\circ$ wurde also auf je 6 cm des Papierstreifens aufgezeichnet. Gearbeitet wurde am Strichfocus (0,1 mm Breite) einer Fe-Röhre; die Aperturblende hatte eine Breite von 1 mm, die Zählrohrblende von 10 mm, beide befanden sich in innerer Stellung. Ein Mn-Filter vor dem Zählrohr ließ praktisch nur $\text{FeK}\alpha$ -Strahlung zur Registrierung kommen.

4. Intensitätsverhältnisse beim Reflexionsverfahren nach L. G. Schulz

Zunächst ist zu beachten, daß sich die *meßbare* Intensität aus drei Komponenten zusammensetzt, nämlich dem *Nulleffekt*, der *Untergrundstreuung* und dem meist allein interessierenden „wahren“ Anteil, der von den einzelnen Regelungsmaxima der eingestellten Interferenz (des „Reflexes“) herrührt. Da im folgenden mehrfach auf diesen Anteil Bezug genommen werden muß, soll hier dafür die Bezeichnung „*wahrer Interferenzanteil*“ eingeführt werden. Wenn nicht anders angegeben, beziehen sich die folgenden Intensitätsbetrachtungen nur auf diesen.

Besteht die Probe nur aus einer *einzig*en Kristallart, dann läßt sich für die reflektierte „wahre“ Intensität* eine Beziehung aufstellen, die in gleicher Weise auch bei Pulveruntersuchungen mit dem normalen Zählrohrgoniometer zugrunde gelegt werden kann [vgl. W. V. ENGELHARDT³⁰, Gl. (7)]. Voraussetzung ist, daß die Probe aus kompakter Substanz besteht und hinsichtlich der Absorption „unendlich“ dick ist, daß der Röntgenfleck die Probenoberfläche nicht verläßt und daß das gesamte unter dem eingestellten Glanzwinkel reflektierte Röntgenbündel (das wieder durch die Probenoberfläche austreten muß) vom Zählrohr aufgenommen wird. Diese Beziehung lautet (in Anlehnung an L. G. SCHULZ⁸⁷, Gl. (4)**):

$$I = \frac{I_0 \cdot K \cdot h \cdot b}{2\mu} \cdot G. \quad (1)$$

Darin bedeuten I_0 die Intensität des einfallenden Röntgenbündels, h und b seine Höhe und Breite (Querschnitt durch Blenden rechteckig; es wird paralleler Strahlengang angenommen) und μ den *linearen* Schwächungskoeffizienten der untersuchten Kristallart. Der Faktor K enthält alle übrigen für die betreffende Kristallart und einen bestimmten

* Als „Intensität“ bezeichnet man hier zweckmäßig die Strahlungsleistung (Energie pro Zeiteinheit), die auf einer Fläche (etwa Zählrohröffnung) zu messen wäre, die gegenüber dem Querschnitt des Röntgenbündels ausreichend groß ist.

** Bei L. G. SCHULZ⁸⁷ fehlt im Nenner seiner Gl. (4) irrtümlicherweise der Faktor μ .

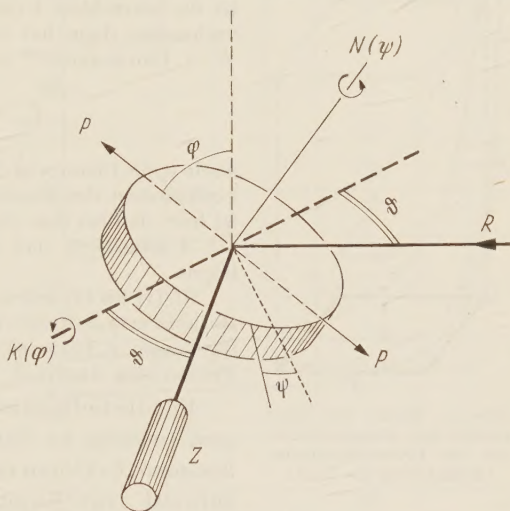


Abb. 1. Schematische Skizze der geometrischen Beziehungen bei Rückstrahlaufnahmen mit dem Siemens-Texturgoniometer. Der Primärstrahl R schließt mit der Horizontalrichtung auf der Probenoberfläche (K) den Winkel θ , mit der Achse des Zählrohrs Z den Winkel 2ψ ein. Die Probe wird um ihre Normale N gedreht (Winkel ψ), gleichzeitig erfolgen eine langsame Neigung um die horizontale Achse K (Winkel φ) und eine Parallelverschiebung der Probenoberfläche in Richtung P ($\perp K$)

Glanzwinkel konstanten Glieder [s. W. v. ENGELHARDT³⁰, Gl. (2)] einschließlich Strukturfaktor und Korrekturfaktoren. Der zusätzlich eingeführte Faktor G soll die möglichen variablen Korrekturglieder zusammenfassen, die im folgenden abgeleitet werden sollen.

Gl. (1) ergibt sich beim Texturgoniometer bei Anwendung des Verfahrens von SCHULZ aus dem allgemeineren Ansatz [L. G. SCHULZ⁸⁷, Gl. (3)]

$$I = \frac{I_0 \cdot K \cdot h \cdot b}{\sin \vartheta \cdot \cos \varphi} \cdot \int_0^l \exp \left(- \frac{2 \mu l}{\sin \vartheta \cdot \cos \varphi} \right) dl \quad (2)$$

für die Schichtdicke $l \rightarrow \infty$; es fallen dann die vom Glanzwinkel ϑ und von φ abhängigen Glieder heraus. [Der Faktor G ist in Gl. (2) und (3) fortgelassen.]

Besteht die Probe dagegen aus mehreren Komponenten und ist die betrachtete Kristallart A darin nur mit x_a Gewichtsteilen vorhanden, dann hat man Gl. (1) in Anlehnung an Gl. (10) bei W. v. ENGELHARDT³⁰ zu ersetzen durch

$$I_{ax} = \frac{I_0 \cdot K_a \cdot h \cdot b}{2 \mu_m^*} \cdot \frac{x_a}{\varrho_a}, \quad (3)$$

worin ϱ_a die Dichte von A und $\mu_m^* = \mu_m / \varrho_m$ den Massenschwächungskoeffizienten des gesamten Gemisches bedeuten. Voraussetzung ist hier, daß bei dem eingestellten Glanzwinkel nur die Kristallart A reflektiert, daß also keine koinzidierenden Reflexe vorliegen.

Gl. (1) bis (3) gelten zunächst nur für unregelmäßige Proben mit statistischem Auftreten der einzelnen Kornorientierungen. Gefügeeregungen („Texturen“) muß man durch einen zusätzlichen Faktor zum Ausdruck bringen, der sich mit ψ und φ ändert.

Für die Gefügeanalyse interessiert nur dieser *Regelungsgrad*; wichtig ist dabei, daß sonst in die Intensität nur konstante Faktoren eingehen, wenn die Probe nicht Fehler aufweist (vgl. Kapitel I, 5, I, 6a) oder man sich in der

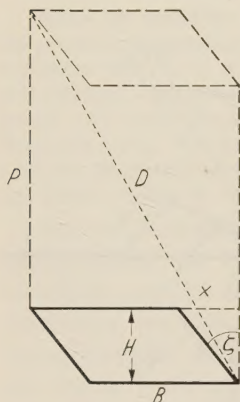


Abb. 2. Skizze zur Geometrie des Röntgenflecks auf der Probenoberfläche (Erläuterung im Text)

Randzone mit $\varphi > 70^\circ$ befindet. Die Registrierung einer spiralförmigen Abtastung der Lagekugel liefert also bei völlig unregelmäßigen Proben oder bei einer Messung des Streuuntergrundes (außerhalb der Reflexe) eine im Idealfall horizontale Kurve (vgl. Abb. 16 unten), jedoch nur für φ -Werte bis etwa 70° . Bei größerem φ fällt die meßbare Intensität ab, bis bei $\varphi = 90^\circ$ der Nulleffekt erreicht wird.

Dieser Intensitätsabfall bei starker Probenkipfung rührt einmal daher, daß der Röntgenfleck dann teilweise über die Probenoberfläche hinausgeht. Die vom Röntgenbündel getroffene Fläche ist im allgemeinen Fall ein Parallelogramm, das durch die Parallelverschiebung der Probe (vgl. Abb. 1) zu einem Rechteck mit zwei abgeschrägten Ecken ausgezogen wird (Abb. 2). Darin sind: $H = h / \cos \varphi$; $B = b / \sin \vartheta$; $x = h \cdot \tan \varphi / \tan \vartheta$; $\tan \zeta = \sin \varphi / \tan \vartheta$. Die Diagonale D gibt also den Mindestdurchmesser einer (genau zentrierten) Probe an, für den bei bestimmtem ϑ und φ der Röntgenfleck die Probenoberfläche nicht verläßt:

$$D = \sqrt{\left(P + \frac{h}{\cos \varphi} \right)^2 + \left(\frac{b + h \cdot \tan \varphi \cdot \cos \vartheta}{\sin \vartheta} \right)^2}. \quad (4)$$

Die Abhängigkeit von D und φ ist in Abb. 3 für die beiden ϑ -Werte dargestellt, zwischen denen im allgemeinen die Messungen erfolgen. Änderungen der Breite der Aperturblende und damit von b beeinflussen den Kurvenverlauf nur bei kleinem ϑ und bei großem φ stärker; das h bleibt durch die dicht vor der Probe angebrachte 0,5 mm hohe Spaltblende praktisch konstant. (Die für die Berechnung von Abb. 3 benutzten Werte für h und b berücksichtigen bereits die Divergenz des Röntgenbündels).

Eine zweite wichtige Ursache für den Intensitätsabfall über $\varphi = 70^\circ$, die schon von CHERNOCK und BECK²⁰ für das Texturgoniometer untersucht wurde, liegt in einem Defokus-

sierungseffekt, der bei ebenen Probenoberflächen auch bei parallelem Röntgenbündel auftreten muß: wegen der endlichen Höhe und Breite des Bündels kommen seine äußeren Teile mit wachsendem φ immer weiter außerhalb (bzw. innerhalb) des Fokussierungskreises nach BRAGG-BRENTANO mit der Probenoberfläche zum Schnitt. Es entsteht eine zunehmende Linienverbreiterung (nach 2ϑ), bei der schließlich nicht mehr die gesamte reflektierte Strahlung in das Zählrohr gelangt. Um den ohne Korrektur auswertbaren φ -Bereich möglichst groß zu halten, muß man deshalb die Zählrohrblende möglichst weit öffnen, auch wenn man dadurch an Linienauflösung einbüßt.

5. Fehlerquellen der Probenform und -zusammensetzung

Die in diesem Kapitel zu besprechenden Fehlerquellen brauchten bei der bisherigen Anwendung des Texturgoniometers in der Metallkunde nicht beachtet zu werden, weil dort durchweg genügend große Proben untersucht worden sind, die nur aus einer einzigen Kristallart bestanden. Bei Erzen und Gesteinen handelt es sich jedoch nur selten um völlig monomineralische Proben, und manchmal können die Proben auch unter der geforderten Mindestgröße liegen.

a) „Formeffekt“

bei zu kleinen Proben

Ist der Probendurchmesser zumindest in einer Richtung kleiner als D [Gl. (4)], dann verläßt das Röntgenbündel teilweise die Probenoberfläche, und die Größe der bestrahlten Fläche ändert sich mit ψ (und φ). Diese Schwankung wird hier als „Formeffekt“ bezeichnet. Die Intensität ändert sich dabei bei einer unregelmäßigen Probe mit einem Faktor F^*/F' . Darin ist F' die während einer Parallelverschiebung einer genügend großen Probe vom Röntgenbündel getroffene Probenfläche (Abb. 2):

$$F' = \frac{h \cdot b}{\sin \vartheta \cdot \cos \varphi} + \frac{P \cdot b}{\sin \vartheta} + \frac{P \cdot h \cdot \operatorname{tg} \varphi}{\operatorname{tg} \vartheta}; \quad (5)$$

ihre Abhängigkeit von φ und ϑ ist in Abb. 15 (S. 359) dargestellt. F^* bezeichnet dagegen den tatsächlich vom Röntgenbündel getroffenen Anteil der Probenoberfläche. Bei *geregelten* Proben wird die Intensität der einzelnen Interferenzmaxima um diesen Faktor verändert.

Das Vorliegen eines „Formeffektes“ ist am besten daran zu erkennen, daß — ebenso wie der „wahre Interferenzanteil“ — auch der Streuuntergrund in der Registrierkurve zwei Maxima und zwei Minima in jeweils gleichen Abständen während einer vollen Probendrehung um N zeigt (Abb. 4).

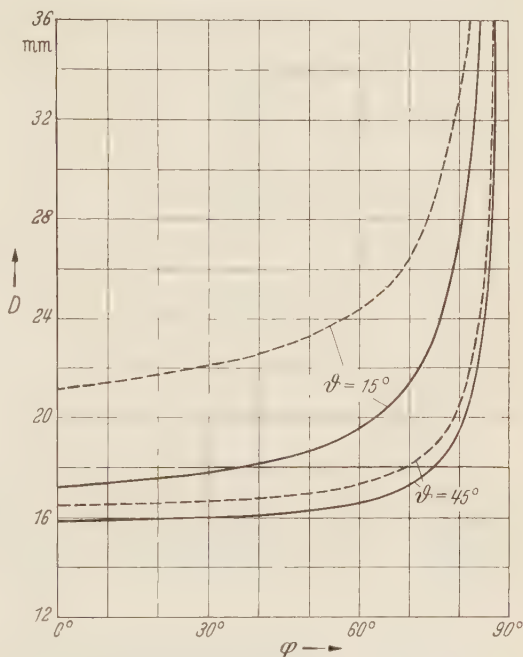


Abb. 3. Minstdurchmesser D der Probe in Abhängigkeit von φ und für zwei verschiedene Glanzwinkel ($\vartheta = 15$ und 45°), berechnet für Strichfokus und Aperturblendenbreite 1 mm ($b = 1,85$ mm, ausgezogen) bzw. 2 mm ($b = 3,70$ mm, gestrichelt) sowie $h = 0,6$ mm und $P = 15,0$ mm nach Gl. (4); Aperturblende in innerer Stellung des Siemens-Texturgoniometers

Für eine graphische *Korrektur* ist bei einer spiralgigen Abtastung der Lagekugel außer der normalen Registrierung im gewünschten Reflex auch eine vollständige Registrierung des Streuuntergrundes (außerhalb der Reflexe, vgl. Kapitel I, 9) erforderlich, weil der „Formeffekt“ mit φ zunimmt. Nach Zerlegung der Fläche unter der Registrierkurve in ihre Anteile (Kapitel I, 9; Untergrundschwankungen beachten!) sind dann die „wahren“ Intensitäten proportional zum Untergrund zu reduzieren. Da eine rechnerische Korrektur noch umständlicher als dieses Verfahren wäre, ist zu empfehlen, möglichst *keine zu kleinen Proben* zu verwenden. Ist dieses jedoch nicht zu umgehen, dann sollten diese Proben kreisrund sein und genau zentriert aufgesetzt werden, damit kein „Formeffekt“ auftritt.

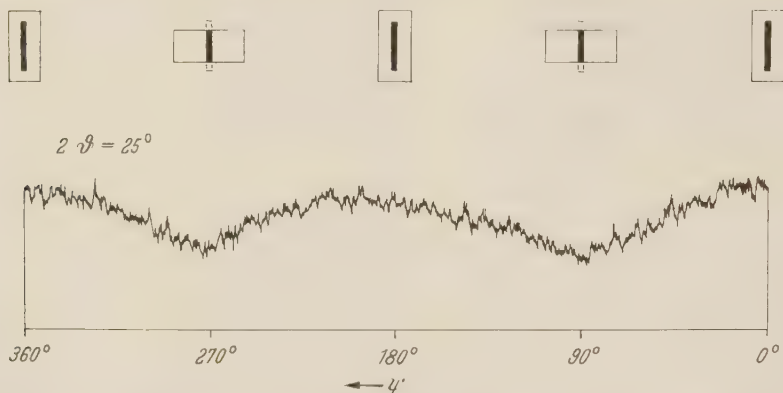


Abb. 4. „Formeffekt“ in einem Registrierkurvenausschnitt für eine volle Umdrehung um N , gemessen mit einer rechteckigen Probe ($23 \times 10,5$ mm) von ausgehärtetem Araldit B bei konstantem $\varphi = 0^\circ$ und $2\theta = 25^\circ$, $\text{FeK}\alpha$ -Strahlung, $\tau = 1$ sec, Papiergeschwindigkeit 1200 mm/Std. Die Skizzen über der Kurve geben die jeweilige Lage der Probe zum schwarz gezeichneten Röntgenfleck (bei $\varphi = 0^\circ$ rechteckig!) an. Die leichte Asymmetrie der Kurve zeigt die Wirkung einer geringen seitlichen Dezentrierung des Probenmittelpunktes

b) Intensitätsverhältnisse bei Proben mit mehreren Kristallarten

Es sollen nun die zusätzlichen Effekte besprochen werden, die bei Gefügeuntersuchungen an *mehrphasigen* Proben auftreten. Dabei ist es zweckmäßig, statt der in Gl. (3) benutzten Gewichtsanteile die *Volumanteile* der Einzelkomponenten zu betrachten, weil man diese leicht und hinreichend genau durch Integration unter dem Mikroskop ermitteln kann. Gl. (3) lautet dann, wenn keine Koinzidenzen vorliegen,

$$I_{ay} = \frac{I_0 \cdot K_a \cdot h \cdot b}{2 \mu_m} \cdot y_a, \quad (6)$$

worin y_a den Volumanteil der Kristallart A und μ_m den *linearen* Schwächungskoeffizienten des gesamten Gemisches angeben. Da sich dieser additiv aus denen der Einzelkomponenten im Verhältnis der *Volumanteile* zusammensetzt, erhält man

$$I_{ay} = \frac{I_0 \cdot K_a \cdot h \cdot b}{2} \cdot \frac{y_a}{y_a \cdot \mu_a + \sum y_b \cdot \mu_b}. \quad (7)$$

Darin bezeichnen y_b und μ_b Volumanteil und linearen Schwächungskoeffizienten je einer weiteren Kristallart ($y_a + \sum y_b = 1$); μ_a ist der lineare Schwächungskoeffizient von A .

Für die Berechnung sind in Tabelle I die meist angegebenen Massenschwächungskoeffizienten $\mu^* = \mu/\rho$ (additiv aus denen der Elemente im Verhältnis der Gewichtsanteile berechnet nach K. SAGEL⁷⁸, S. 82 und Tabelle B 12), die Dichten ρ (wahrscheinlichste Werte

Tabelle 1. Dichten ϱ [$g \cdot cm^{-3}$], Massenschwächungskoeffizienten $\mu^* = \mu/\varrho$ [$cm^2 \cdot g^{-1}$] und lineare Schwächungskoeffizienten μ [cm^{-1}] der wichtigsten Erz- und Gangartminerale, berechnet für FeK α - und CuK α -Strahlung

Mineral	Berechnet als	ϱ	FeK α		CuK α	
			μ^*	μ	μ^*	μ
Graphit	C	2,25	11	24	6	12
Sphalerit (Zinkblende) . .	ZnS	4,09	131	535	70	285
Chalkopyrit (Kupferkies)	CuFeS ₂	4,28	118	503	149	636
Pyrrhotin (Magnetkies)	FeS	4,77	110	525	239	1141
Nickelin (Rotnickelkies)	NiAs	7,78	121	938	65	503
Galenit (Bleiglanz) . . .	PbS	7,58	395	2994	221	1674
Covellin	CuS	4,67	124	581	66	306
Antimonit	Sb ₂ S ₃	4,63	395	1829	229	1062
Pyrit	FeS ₂	5,02	127	640	200	1002
Markasit	FeS ₂	4,89	127	623	200	976
Arsenopyrit (Arsenkies) .	FeAsS	6,22	125	776	164	1022
Molybdänit	MoS ₂	5,04	249	1257	135	680
Fluorit	CaF ₂	3,18	179	569	97	308
Magnetit	Fe ₃ O ₄	5,20	60	310	238	1238
Chromit	FeCr ₂ O ₄	5,09	253	1288	205	1042
Hämatit	Fe ₂ O ₃	5,26	59	308	230	1212
Ilmenit	FeTiO ₃	4,78	154	735	188	897
Quarz	SiO ₂	2,65	68	179	35	93
Rutil	TiO ₂	4,21	236	994	127	563
Cassiterit (Zinnstein) . .	SnO ₂	6,95	365	2539	211	1469
Pyrolusit	MnO ₂	5,12	49	253	184	943
Uraninit	UO ₂	10,96	502	5501	312	3417
Goethit (Nadeleisenerz) .	FeOOH	4,28	55	235	208	891
Siderit	FeCO ₃	3,96	47	185	162	642
Calcit	CaCO ₃	2,71	140	380	76	205
Dolomit	CaMg(CO ₃) ₂	2,85	93	266	50	143
Baryt	BaSO ₄	4,50	383	1725	224	1007

für die reinen Minerale aus der Literatur) und die daraus erhaltenen linearen Schwächungskoeffizienten μ für die wichtigsten Erz- und Gangartminerale angeführt (für FeK α - und CuK α -Strahlung).

Außerdem ist es für die Fehlerbetrachtung zweckmäßig, von der *Regelung* der kristallographischen Richtungen der untersuchten Einzelminerale die *Kornverteilung* der einzelnen Kristallarten in der Probenoberfläche (bzw. im reflektierenden Volumen) scharf zu trennen.

c) Fehlerquellen bei statistischer Kornverteilung

Gl. (7) gilt nur unter zwei Voraussetzungen: 1. muß die Kornverteilung *statistisch* sein (wenn nicht, dann entstehen „Verteilungseffekte“, vgl. Kapitel I, 5, d); 2. muß die Korngröße sehr *klein* gegen die mittlere Reichweite $1/\mu_a$ sein.

Ist diese zweite Bedingung nicht erfüllt, dann wird der Röntgenstrahl schon im Einzelkorn merklich geschwächt. Es ergeben sich dann Abweichungen von Gl. (6) und (7), deren Größe von μ_a/μ_m und y_a abhängt. Diese „*Mikroabsorption*“ wurde schon eingehend von G. W. BRINDLEY¹⁴ untersucht.

Die „Mikroabsorption“ kann nach der Bedingung $\mu_a \cdot d < 0,01$ nur dann vernachlässigt werden, wenn der Korndurchmesser d [cm] kleiner als $1/100$ der mittleren Reichweite ist. Dies würde schon für ein μ_a von 100 cm^{-1} einen maximalen Korndurchmesser von 10^{-4} cm bedeuten. Für den Bereich von $\mu_a \cdot d$ zwischen 0,01 und 0,1 gab BRINDLEY einen Korrekturfaktor an.

Da dieser Effekt jedoch bei einer statistischen Kornverteilung für eine bestimmte Probe und die Gefügeuntersuchung einer bestimmten Kristallart darin praktisch konstant bleibt, braucht er für die hier beabsichtigten *relativen* Messungen des Grades der Gefügeregelung an je einem Reflex nicht berücksichtigt zu werden. Es ist nur festzustellen, daß allgemein die Unsicherheit durch die Mikroabsorption mit $\mu_a \cdot d$ wächst; bei den häufig bei Erzen angetroffenen Korngrößen von 0,1—1 mm liegt $\mu_a \cdot d$ schon um 1 oder noch darüber.

Die reflektierte Intensität und damit die Genauigkeit der Messung werden außerdem nach Gl. (7) um so geringer, je schwächer das betrachtete Mineral gegenüber den Begleitmineralen absorbiert. Dies führt zu der von ALEXANDER und KLUG¹ angegebenen Beeinflussung der Nachweisempfindlichkeit (vgl. Kapitel I, 11).

d) „Verteilungseffekt“ bei nichtstatistischer Kornverteilung

Intensitätsschwankungen mit zwei *Maxima* pro Probendrehung (wie beim „Formeffekt“) entstehen aber auch dann, wenn sich statt des Faktors F^*/F' (oder eventuell mit ihm) das μ_m der Gl. (6) mit ψ ändert. Dies ist dann der Fall, wenn die verschiedenen Kristallarten nicht für alle Stellungen des Röntgenflecks auf der Probe in gleichen Volumanteilen vorhanden sind. Dieser Effekt sei als „Verteilungseffekt“ bezeichnet.

Für die Schwankung des „wahren Interferenzanteils“ gilt Gl. (7), wobei sich aber in diesem Fall mit ψ (und φ) laufend das y_a und die einzelnen y_b ändern. Daraus läßt sich ableiten, daß der „Verteilungseffekt“ um so größer ist, je kleiner das Verhältnis μ_a/μ_m ist, d. h. je schwächer die untersuchte Kristallart im Vergleich zur gesamten Probe absorbiert.

Wichtig ist, daß sich hier *nicht* — wie beim „Formeffekt“ — der Streuuntergrund und der „wahre Interferenzanteil“ proportional zueinander ändern! Der Untergrund schwankt nämlich nur (annähernd) mit $1/\mu_m$; deshalb würde z. B. bei einer Probe aus zwei Kristallarten mit gleichem μ der Untergrund konstant bleiben, der „wahre“ Anteil würde sich aber laufend mit dem Volumanteil der gemessenen Kristallart ändern.

Für eine graphische *Korrektur* fehlt hier also die Vergleichsmöglichkeit mit dem Untergrund. Man müßte eine Probe mit völlig gleicher Kornverteilung, aber ohne jede Kornregelung der betrachteten Komponenten zum Vergleich heranziehen, was praktisch undurchführbar ist. Eine rechnerische Intensitätskorrektur wäre sehr kompliziert, zumal zunächst für jede Stellung des Röntgenflecks (in Abhängigkeit von ψ und φ) die Flächenanteile der Einzelminerale auf der Probenoberfläche bekannt sein müßten, die man dann den Volumanteilen gleichsetzen könnte.

Bei Proben mit nichtstatistischer Verteilung der Körner verschiedener Kristallarten, besonders mit lagiger Anordnung, sollten deshalb wegen der auftretenden „Verteilungseffekte“ nur in Sonderfällen Schnitte senkrecht zur flächenhaften Paralleltextur (Fläche „s“ nach B. SANDER) für die röntgenographische Gefügeanalyse mit dem Texturgoniometer verwendet werden. *Nach Möglichkeit sind immer Schnitte mit annähernd statistischer Verteilung in der Probenoberfläche zu benutzen, insbesondere also Schnitte // s.* Dies gilt vor allem für die Gefügeuntersuchung von *schwach absorbierenden* Mineralen in stärker absorbierender Umgebung.

Lediglich bei der Gefügeanalyse sehr *stark absorbierender* Minerale in schwach absorbierender Umgebung treten keine zu großen Fehler auf. Diesen Fall wird man manchmal durch Wahl einer geeigneten Wellenlänge erreichen können. Aber auch dann kann die Untersuchung eines Schnittes // s meist viel besser die oft gestellte Frage klären, welche Kristallfläche in die Schieferung s eingeregelt ist, als die eines Schnittes $\perp$ s. Hier würde ja der

Pol dieser Fläche ohnehin am Rande der Projektion liegen und nicht erfaßt werden. Auch eine bevorzugte Orientierung etwa der a-Achsen beim Hämatit geht [beim Normalfall einer Einregelung von (0001) in s , vgl. NEFF und PAULITSCH^{68, 69}, K. v. GEHLEN³⁸] sicherer aus einer Einmessung des Rhomboeders ($10\bar{1}4$) im Schnitt $\parallel s$ als aus der einer Prismenfläche im Schnitt $\perp s$ hervor (vgl. Abb. 5 und 6).

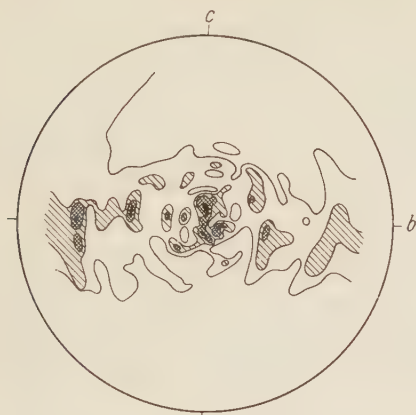


Abb. 5

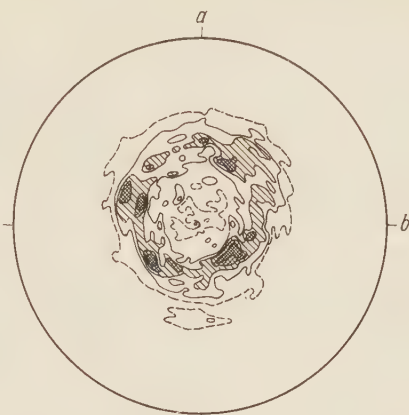


Abb. 6

Abb. 5. Gefügediagramm (stereographische Projektion) eines Hämatit-Derberzes von Grängesberg (Schweden), $\perp s$ und $\perp a$ geschnitten, gemessen mit $\text{FeK}\alpha$ -Strahlung in ($11\bar{2}0$) bei $2\theta = 46,0^\circ$, $\tau = 30$ sec. Kurven gleicher Besetzungsdichte („Isopyknen“) beim 1-, 2-, 3- und 4fachen einer willkürlichen Einheit (über dem Streuuntergrund, vgl. Kapitel I, 9). (Gefügekoordinaten a, b, c nach B. SANDER⁴⁰)

Abb. 6. Gefügediagramm des gleichen Hämatit-Derberzes von Grängesberg, $\parallel s$ geschnitten, gemessen in ($10\bar{1}4$) bei 2θ ($\text{FeK}\alpha$) = $42,1^\circ$, $\tau = 30$ sec, Spiralabstand $2,5^\circ$. Isopyknen bei 1 (gestrichelt), 2, 3, 4 und 5 Einheiten

6. Ermittlung der Intensitäten aus Registrierkurven

Bei röntgenographischen Gefügemessungen muß man die *Intensität* der reflektierten Strahlung als Maß für die Besetzungsdichte in der eingestellten Raumrichtung verwenden. Bei der exakten Intensitätsbestimmung aus Messungen mit einem Zählrohr-Texturgoniometer treten einige Probleme auf, die im folgenden behandelt werden sollen.

Ein *direktes* Maß für die „wahre“ Intensität liefert (nach Abzug von Nulleffekt und Untergrund) die *Impulszahl* pro Zeiteinheit bei konstanter Proben- und Zählrohrstellung. Solche *Einzelmessungen* müßten jedoch in großer Zahl schon für einen einzigen Reflex durchgeführt werden, so daß diese Art der Messung normalerweise kaum in Frage kommt, wenn man nicht ein automatisch arbeitendes Gerät (etwa wie MUELLER und KNOTT⁶²) verwenden kann. Solche Impulszahlungen sind jedoch grundsätzlich einer Intensitätsbestimmung aus Registrierkurven *überlegen*, weil sie die dabei auftretenden Schwierigkeiten ausschalten. Bedingung ist in *beiden* Fällen, daß man den Bereich des linearen Zusammenhangs zwischen wahrer Gesamtintensität und Impulsanzeige nicht verläßt, dessen obere Grenze nach ALEXANDER, KUMMER und KLUG² für Geiger-Müller-Zählrohre größenordnungsmäßig bei 500 Impulsen pro Sekunde liegt. Bei höheren Impulszahlen muß eine Korrektur vorgenommen werden.

Bei den *Registrierkurven* unterscheidet man zweckmäßig zwischen Kurven mit Einkristallmaxima, die bei zu geringer Kornzahl auftreten, und Kurven polykristalliner Proben, in denen die einzelnen Einkristallmaxima nicht mehr zu unterscheiden sind (Einkristallmaxima sind nur schmal und oft steil; die Intensität fällt beiderseits praktisch bis auf den Untergrundwert ab).

a) *Kurven mit getrennten Einkristallmaxima*

Während die Intensitäten für Strukturberechnungen aus Registrierkurven *normaler* Zählrohrgoniometer fast direkt aus den *Flächen* unter den einzelnen Ausschlägen ermittelt werden, ist dies bei Gefügebestimmungen mit dem *Texturgoniometer* nur nach zusätzlichen Korrekturen möglich.

Zunächst ist zu berücksichtigen, daß sich wegen der konstanten Winkelgeschwindigkeit der Probendrehung um N die *Geschwindigkeit des Durchfahrens gleich langer Kleinkreisbögen* auf der Lagekugel mit wachsendem φ stark vergrößert. Die Einkristallmaxima werden also bei spiraliger Abtastung in der Registrierkurve laufend schmaler und damit die Flächen unter ihnen kleiner, weil die Papiergeschwindigkeit mit der Winkelgeschwindigkeit von ψ (und φ) konstant bleibt.

Für Einzelmaxima gleicher „Breite“ E (im Großkreisschnitt auf der Lagekugel) gibt es dabei auf den durchfahrenen *Kleinkreis-* (oder *Spiral-*)bögen zwei Extremfälle: Bei einem Maximum im Projektionsmittelpunkt ($\varphi = 0^\circ$) und einem Kleinkreisdurchmesser, der kleiner als die Breite des Maximums ist, findet die volle Probendrehung innerhalb des Maximums statt. Seine Durchlaufzeit und damit seine *Breite in der Registrierkurve* entspricht deshalb mindestens $\psi = 360^\circ$. Bei $\varphi = 90^\circ$ dagegen geht der Kleinkreis in einen Großkreis über, die Breite entspricht dann nur noch $\psi = E^\circ$.

Für den Kleinkreiswinkel ε eines Maximums der Großkreisbreite E (im Winkelmaß) gilt nach den Bogenlängen in einem sphärischen Zweieck aus einem Kleinkreis- und einem Großkreisbogen

$$\cos \varepsilon = \frac{\cos E - \cos^2 \varphi}{\sin^2 \varphi} \left[\text{für } \varphi > \frac{E}{2} \right]. \quad (8)$$

Da E jedoch relativ klein ist (vgl. S. 353), kann man schon für etwa $\varphi > 5^\circ$ statt gleicher Großkreis- auch gleiche Kleinkreisbreite E' für die Einkristallmaxima annehmen und erhält dann eine einfachere Näherungsformel für die Durchlaufzeit t_0 eines Maximums auf der Einheitskugel ($R = 1$):

$$t_0 = \frac{E' \cdot T}{360 \cdot \sin \varphi} \sim \frac{1}{\sin \varphi}. \quad (9)$$

Darin bedeutet T die Zeit für einen vollen Umlauf um N .

Über den Faktor $1/\sin \varphi$ lassen sich also die *Breiten* der Einzelmaxima in der Registrierkurve korrigieren. Die Meßgenauigkeit nimmt allerdings mit wachsendem φ mit der Ablesegenauigkeit ab (bei der Papiergeschwindigkeit 300 mm/h entspricht 1 mm einer Drehung um $\Delta \psi = 6^\circ$).

Wesentlich genauer ist dagegen die *Höhe (Amplitude)* der Maxima zu messen; sie bildet deshalb auch bei Einkristallmaxima das beste *Maß für die Intensität*. Die Flächen unter den Maxima sind im Gegensatz dazu bei hohen φ -Werten nicht so genau zu bestimmen und müßten außerdem nach *Breite und Höhe* korrigiert werden.

Auch die Höhen der Einkristallmaxima sind nämlich *nicht* direkt proportional zur Intensität; sie müssen ebenfalls in Abhängigkeit von φ korrigiert werden. Diese Tatsache ist bisher noch nicht genügend beachtet worden.

Bevor diese Korrektur abgeleitet werden kann, muß kurz die normale „Breite“ der *Einkristallmaxima* besprochen werden. Hier interessiert diese zunächst nur in Abhängigkeit von ψ auf den Kleinkreisen (oder Spiralbögen).

Bei Einkristallen tritt hier der für die Reflexform in Abhängigkeit von θ (vgl. Kapitel I, 8, b) entscheidende Einfluß der Blendenöffnungen zurück, weil während der Drehung der Probenoberfläche um ψ (bei konstantem θ und φ) die betreffende Gitterebene an sich nur jeweils bei einem einzigen Wert von ψ zur Reflexion in das Zählrohr kommt. Eine geringe

Verbreiterung rührt daher, daß im allgemeinen Fall $\varphi \neq 0^\circ \neq 90^\circ$ die Gitterebene in unmittelbarer Nähe der eigentlichen Reflexionsstellung noch Randteile des divergierenden Primärstrahlbündels auf Punkte oberhalb der Zählrohrmitte reflektiert.

Entscheidend für die „Breite“ der Einkristallmaxima in der Registrierkurve ist jedoch der *Mosaikbau* der Kristalle; dabei bestehen kontinuierliche Übergänge zu scharf geregelten polykristallinen Aggregaten, gegenüber denen schwer eine Grenze zu ziehen ist. Man kann

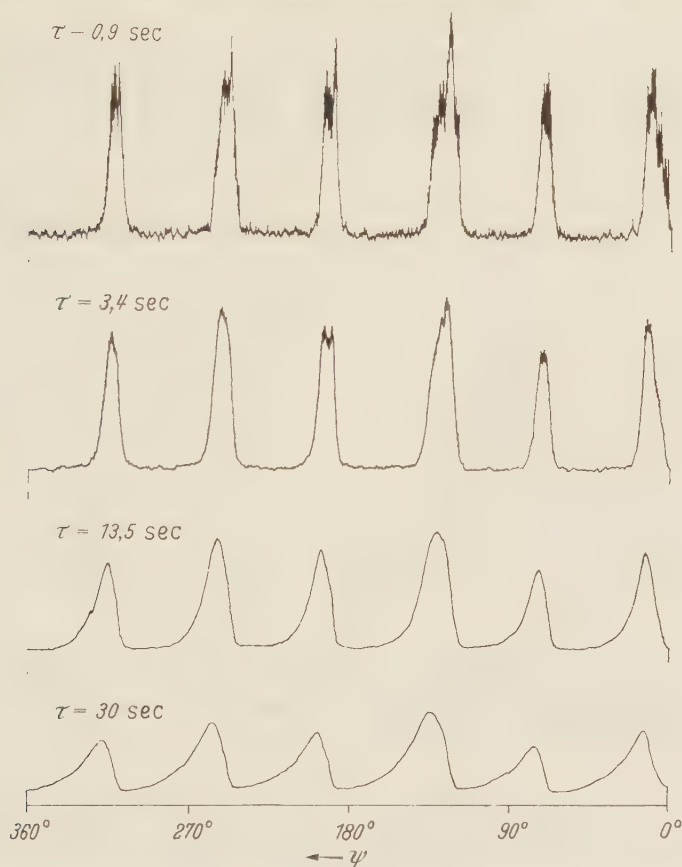


Abb. 7. Wirkung verschiedener Zeitkonstanten τ der Dämpfung auf den gleichen Registrierkurvenausschnitt (je eine volle Umdrehung um N). Pyrrhotin-Einkristall von Trepča, $\parallel (0001)$ geschnitten, gemessen in $(10\bar{1}2)$ bei $2\theta = 56,3^\circ$ und konstantem $\varphi = 42,3^\circ$, $\text{FeK}\alpha$ -Strahlung. Pro Umdrehung erscheinen 6 Maxima. Mit wachsendem τ nimmt die Höhe der Maxima ab, ihre Spitzen verlagern sich zunehmend etwas nach links (in Richtung der Papierbewegung). Die Flächen unter den Maxima bleiben hier (bei konstantem φ) gleich

deshalb kaum eine allgemein gültige „Breite“ angeben. Im Beispiel der Abb. 7 schwankt die Halbwertsbreite der Einkristallmaxima zwischen $\Delta\psi = 8^\circ$ und $\Delta\psi = 15^\circ$; hier lag allerdings starker Mosaikbau vor. Da andererseits auch berücksichtigt werden muß, daß die Maxima nicht nur zentral geschnitten werden, kann man nur einen ungefähren Mittelwert zugrunde legen, der für die Berechnung der Abb. 9 und 10 zu 4° angenommen wurde. (Eine genaue Definition der „Breite“ ist hier unnötig.)

Der Grund für die Abhängigkeit der Höhe eines Maximums von q liegt in der vom Gerät durchgeführten Mittelung über die Zahl der Impulse eines bestimmten Zeitraumes, der von einer einstellbaren Zeitkonstanten τ abhängt.

Diese Dämpfung bewirkt eine Änderung der Form der Einzelmaxima in der Registrierkurve (vgl. Abb. 7).

Eine solche Dämpfung bedeutet, daß bei einer sprunghaften Änderung eines Impuls-wertes A_1 um ΔA der neue Wert A_2 in der Registrierkurve nicht sofort erreicht, sondern nur nach

$$A(t) = A_2 \mp \Delta A \cdot e^{-\frac{t}{\tau}} \quad (10)$$

angestrebt wird. Dabei gilt das Minuszeichen für $A_2 > A_1$, das Pluszeichen für $A_2 < A_1$.

Die Einkristallmaxima erreichen also ihren Höchstwert in der Registrierkurve zu spät; außerdem ist dieser Höchstwert um so kleiner, je größer φ und auch τ werden. In Abb. 8 sind eine Intensitätsverteilung um ein Maximum in Richtung ψ (proportional zu

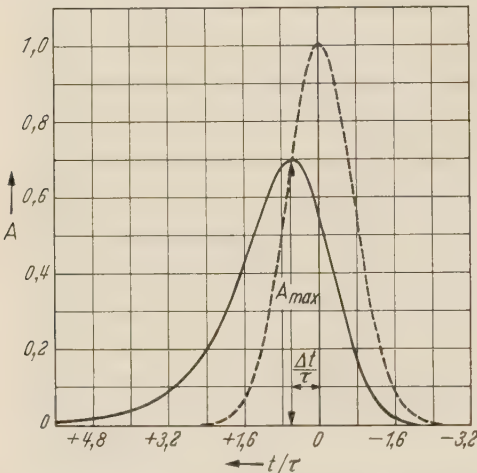


Abb. 8. Theoretische (als Gauß-Verteilung für $\tau = 0$ sec gestrichelt eingetragen) und verzögerte Form der Einzelmaxima, nach Gl. (11) berechnet für $t_0/\tau = 1$, also gültig für Einzelmaxima, die gerade in der Zeit τ (sec) durchlaufen werden. ($A_0 = 1$)

Tabelle 2. Höhe $A_{\max}/A_0$ und Verschiebung des Höchstwertes in Bewegungsrichtung $\Delta t/\tau$ für Einkristallmaxima der tatsächlichen Durchlaufzeit t_0/τ (vgl. Abb. 8)

t_0/τ	$A_{\max}/A_0$	$\Delta t/\tau$
5	0,966	0,05
2	0,858	0,22
1	0,695	0,40
0,5	0,495	0,58
0,2	0,265	0,77
0,1	0,149	0,86
0,04	0,066	0,93

einer Gauß-Verteilung angenommen) und die daraus [nach Gl. (11)] abgeleitete meßbare Kurvenform dargestellt.

Qualitative Überlegungen gleicher Art stellte bereits C. WAINWRIGHT⁹⁷ an, der aus Messungen mit verschiedenen Zeitkonstanten an vorgegebenen Rechteck- oder Dreieck-Verteilungen ableitete, daß dort der Wendepunkt im Anstieg der Registrierkurve dem Höchstwert der wahren Verteilung entspricht und daß die registrierte Kurve ihren Höchstwert im Schnittpunkt beider Kurven erreicht, wie dies auch Abb. 8 erkennen läßt.

In die gemessene Form der Maxima muß erstens die tatsächliche Form (für die Rechnung als Gauß-Verteilung anzunähern), zweitens die mit wachsendem φ abnehmende Durchlaufzeit für ein Maximum [nach Gl. (8) bzw. (9)] und schließlich die Verzögerung der Registrierung [nach Gl. (10)] eingehen. Man erhält*

$$A(t) \sim \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{t_0}{\tau} \cdot e^{+\frac{t_0^2}{4\tau^2}} \cdot e^{-\frac{t}{\tau}} \cdot \left[\Phi\left(\frac{t}{t_0} - \frac{t_0}{2\tau}\right) + 1 \right]. \quad (11)$$

Darin ist t_0 die Durchlaufzeit für ein Einzelmaximum nach Gl. (9), die also von E' und φ abhängt. Die Funktion $\Phi(x)$ („Fehlerintegral“) ist z.B. bei JAHNKE-EMDE⁵³, S. 24, tabelliert. Für eine allgemeinere Darstellung mißt man zweckmäßig die Durchlaufzeit t_0 in Einheiten der Zeitkonstanten τ ; dann ergeben sich aus Gl. (11) die in Tabelle 2 für einige Werte

* Für die Ableitung der Gl. (11) danke ich Herrn GÜNTHER V. GEHLEN herzlich.

von t_0/τ aufgeführten Zahlenwerte für die Gipfelhöhe des registrierten Maximums (bezogen auf die Höhe des unverzögerten Maximums $A_0 = 1$) und für die seitliche Verschiebung des Gipfels Δt (als Zeit, gemessen in Einheiten von τ).

Eine Korrektur der gemessenen Amplituden und Lagen der Einzelmaxima erfolgt zweckmäßig graphisch. In Abb. 9 und 10 sind deshalb $A_{\max}/A_0$ und Δt in Abhängigkeit von φ und für verschiedene Werte von τ aufgetragen.

Die Verschiebung der Maxima auf den Kleinkreisen ist nach Abb. 10 nur bei kleinem φ und großem τ stärker. Da jedoch der Umfang der Kleinkreise bei kleinem φ nur gering ist, bleibt auch dort die Verschiebung auf den Kleinkreisbögen klein, und man kann deshalb im allgemeinen diesen Einfluß vernachlässigen.

Dagegen muß die Abhängigkeit der Amplituden von φ , die nach Abb. 9 insbesondere bei größerem τ sehr stark ist, unbedingt berücksichtigt und korrigiert

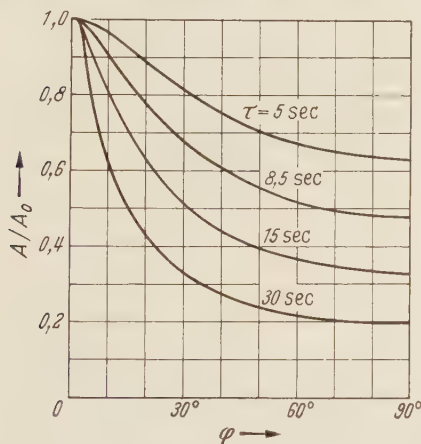


Abb. 9

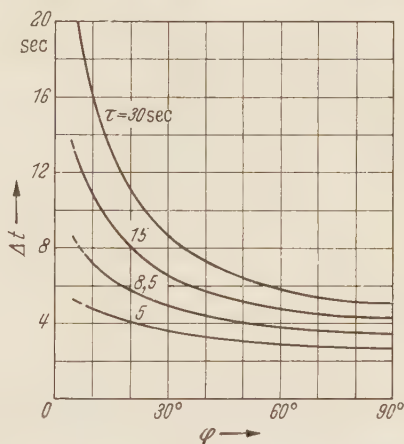


Abb. 10

Abb. 9. Abhängigkeit der Höhen $A_{\max}$ (bezogen auf $A_0 = 1$) in Registrierkurven für Einkristallmaxima der Breite $E = 4^\circ$ von φ , nach Gl. (11) berechnet für $T = 720$ sec und verschiedene Werte von τ

Abb. 10. Verschiebung der Gipfel von Einkristallmaxima in Bewegungsrichtung in Registrierkurven, als Zeit Δt nach Gl. (11) berechnet für $E = 4^\circ$, $T = 720$ sec und verschiedene Werte von τ

werden. Um den Fehler klein zu halten, wird man deshalb einen niedrigen Wert für die Zeitkonstante τ verwenden.

b) Kurven ohne unterscheidbare Einkristallmaxima

Im anzustrebenden Normalfall einer Gefügemessung (bei ausreichender Kornzahl) sind jedoch die Einkristallmaxima in der Registrierkurve *nicht mehr zu unterscheiden*. Dann ist von den drei möglichen Bestimmungsstücken für die Intensität (Fläche, Breite und Höhe) nur noch die *Höhe (Amplitude)* übrig, so daß man diese zwangsläufig für die Intensitätsbestimmung verwenden muß.

Da für eine Korrektur der Amplituden keine normale Form eines Maximums mehr zugrunde gelegt werden kann, könnte man nun für verschiedene mögliche Formen der wahren Maxima Rechnungen analog der zu Gl. (11) führenden anstellen und die zugehörigen meßbaren Formen ableiten. Die Kompliziertheit dieser Rechnungen und besonders auch die Schwierigkeit der für die Auswertung einer gemessenen Registrierkurve nötigen Umkehrung machen jedoch eine schnelle Durchführung im Rahmen einer normalen Gefügeanalyse unmöglich.

Ein solches Vorgehen ist auch nicht erforderlich, weil sich das Problem wesentlich vereinfachen läßt. Schon C. WAINWRIGHT⁹⁷ leitete qualitativ ab, daß von zwei dicht nebeneinander liegenden Einzelmaxima das zweite wesentlich höher registriert wird als das erste.

Je länger also ein höherer Intensitätswert andauert, um so genauer wird der registrierte Wert sein.

Maßgebend ist vor allem die *Zeit*, während der ein bestimmter Intensitätswert konstant bleibt. Mit zunehmender Breite der Maxima nimmt also der Fehler der Registrierung schnell ab, so daß die *Höhe des allgemeinen Impulsniveaus* bei Kurven polykristalliner Proben mit breiten Maxima doch *annähernd richtig* wiedergegeben wird, wenn τ klein ist.

Da jedes Maximum in der Registrierkurve mindestens von *einem* Einkristallmaximum stammen muß, kann man aus Gl. (9) und (10) den höchsten Wert für τ ableiten, bei dem noch

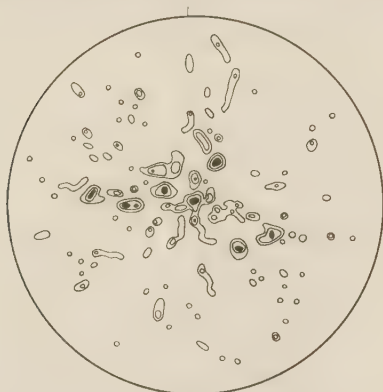


Abb. 11

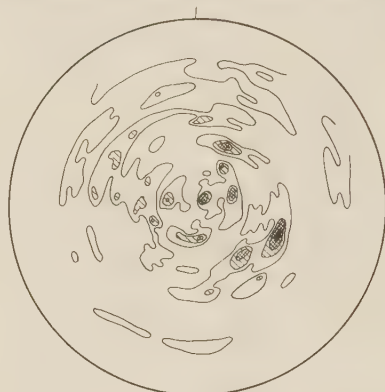


Abb. 12

Abb. 11. Gefügediagramm eines Pyrit-Derberzes, Grube Bayerland bei Waldsassen (Opf.), M-Lager, 160 m-Sohle, $\parallel s$ geschnitten (*b* nicht sicher erkennbar). Gemessen in (200) bei 2θ (FeK α) = $42,0^\circ$, $\tau = 8,5$ sec, Spiralabstand $2,5^\circ$. Isopyknen bei 0, 1 und 2 Einheiten. (Für den Vergleich mit Abb. 12 sind die Höhen der Einkristallmaxima *nicht* nach Abb. 9 korrigiert worden)

Abb. 12. Wie Abb. 11, nur mit $\tau = 30$ sec gemessen; Isopyknen bei 1, 2, 3 und 4 Einheiten

alle reellen Maxima mit einem relativen Fehler etwa von $\pm 5\%$ registriert werden. Er ergibt sich in diesem Fall zu $\frac{1}{3}$ der Durchlaufzeit eines Einkristallmaximums und beträgt für $E = 4^\circ$, $T = 720$ sec und $\varphi = 70^\circ$ $\tau_{\max} = 2,8$ sec.

Bei so *kleinen* Zeitkonstanten treten aber auch nicht reelle Schwankungen in der Registrierkurve auf (vgl. Abb. 7). Zu *große* Zeitkonstanten bringen dagegen unnötige Fehler in die Darstellung (vgl. Abb. 11 und 12!).

Wichtig ist also die richtige Wahl der *Zeitkonstanten* τ ; am günstigsten ist ein mittlerer Wert um 5 sec.

Da die Verschiebung der Maxima wie bei den Einkristallmaxima vernachlässigt werden kann und auch die Höhen bei polykristallinen Proben annähernd richtig registriert werden, kann man deshalb bei Registrierkurven, in denen Einkristallmaxima nicht mehr zu unterscheiden sind, doch die *unkorrigierten Amplituden als Maß für die Intensität verwenden* (bei $\tau \approx 5$ sec und bis $\varphi = 70^\circ$).

Allerdings zeigt die Registrierkurve bei kleinem φ (wegen der dort größeren Durchlaufzeit gleich breiter Maxima) wesentlich *mehr Einzelheiten* in Form schmalerer Maxima als bei großem φ ! Diese schmalen Maxima sind jedoch bei Gefügeuntersuchungen meist ohnehin nicht reproduzierbar.

In den äußeren Bereichen des Gefügediagramms gehen schmalere Maxima zum Teil auch dadurch verloren, daß bei der üblichen (und zweckmäßigen) Darstellung der Intensitätswerte durch Linien gleicher Besetzungsdichte (Isopyknen) nur ein Teil der Schwankungen der Registrierkurve wiedergegeben werden kann. Davon werden jedoch meist nur die nicht reproduzierbaren Einzelheiten betroffen (vgl. Kapitel I, 9).

Wegen der annähernd richtigen Wiedergabe der allgemeinen Besetzungsdichte sind jedenfalls deutliche Maxima im Zentrum eines Gefügediagramms einer *polykristallinen* Probe auch in der Höhe als reell anzusehen. Ihr Auftreten bei Schnitten $\parallel s$ gibt also an, daß die dem gemessenen Reflex entsprechende Gitterebene in die *s*-Fläche der Probe eingeregelt ist (vgl. Abb. 13 und 14).

Grundsätzlich könnte man die Abhängigkeit der Durchlaufzeit einer bestimmten Breite der Maxima von φ durch ein Gerät ausschalten, bei dem sich die Drehgeschwindigkeit um N mit wachsendem φ laufend verringert, so daß in gleicher Zeit gleiche Kleinkreis- bzw. Spiralbogenlängen durchlaufen werden. Dieser apparative Aufwand würde sich jedoch kaum lohnen.



Abb. 13

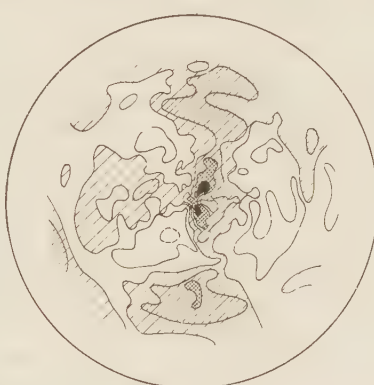


Abb. 14

Abb. 13. Pyrit-Derberz, Grube Bayerland, wie Abb. 11 und 12, jedoch gemessen in (111) bei 2θ ($\text{FeK}\alpha$) = $37,0^\circ$, $\tau = 8,5$ sec. Isopyknen bei 1 (gestrichelt), 2, 3, 4, 5 und 6 Einheiten.

Der Pyrit ist hier teilweise annähernd mit (111) in *s* eingeregelt

Abb. 14. Sphalerit-reiches Derberz, Grube Rammelsberg bei Goslar, Neues Lager, westl. Teil, 10. Firste, $\parallel s$ geschnitten (*b* nicht sicher erkennbar). Sphalerit (Zinkblende), gemessen in (111) bei 2θ ($\text{FeK}\alpha$) = $35,5^\circ$, $\tau = 8,5$ sec. Isopyknen bei 9 (gestrichelt), 10, 11, 12, 13 und 14 Einheiten. Die Zinkblende ist hier ebenfalls, allerdings nur schwach, teilweise mit (111) in *s* eingeregelt*

Ein einfacherer Weg der Erhöhung der Meßgenauigkeit liegt in einer Verlangsamung der Probendrehung (Erhöhung von T). Bei der Apparatur von A. H. GEISLER⁴⁰ erfolgt z. B. nur 1 Umlauf in 48 min.

Eine Erhöhung der Meßgenauigkeit bei größerem φ kann man schließlich auch durch eine Kombination der Meßdaten für mehrere orientiert zueinander geschnittene Proben erreichen, die jeweils nur in einem inneren Bereich mit kleinem φ ausgemessen werden. Der Umständlichkeit halber wird aber dieses Verfahren — bei dem z. B. MUELLER und KNOTT⁶² 7 Proben für einen Quadranten der Projektion benutzten — nur in Sonderfällen in Betracht kommen.

c) Bedeutung des Abstandes der Registrierspiralen bzw. -kleinkreise auf der Lagekugel

Auch aus einem weiteren Grund dürfen kleine Einzelheiten der Registrierkurve nicht überbewertet werden: der Abstand der auf der Lagekugel abgefahrenen Spiralwindungen beträgt beim Siemens-Texturgoniometer unter den angegebenen Bedingungen $\Delta\varphi = 5^\circ$ (wie auch bei anderen Zählrohrverfahren). Da aber jeweils nur eine „Bandbreite“ von $\Delta\varphi < 1^\circ$ erfaßt wird (vgl. H. NEFF⁶⁴; gegeben durch die Spaltblendenöffnung), werden die dazwischen liegenden Bereiche der Lagekugel überhaupt nicht ausgemessen. Ein Verbinden von zu schmalen Einzelmaxima auf benachbarten Spiral- oder Kleinkreisbögen zu Isopyknen führt deshalb bei der Konstruktion des Gefügediagrammes (vgl. Kapitel I, 9) oft zu Fehlern.

* Ein *Chalkopyrit* (Kupferkies)-Gefüge aus der gleichen Lagerstätte lieferte bei Registrierung in (112)_{tetrag.} $\sim$ (111)_{kub.} ein ähnliches Bild.

Besonders störend macht sich die Nichterfassung der Zwischenbereiche bei Kurven mit *getrennten* Einkristallmaxima bemerkbar, weil man hier oft die Maxima nicht im Zentrum trifft und eventuell sogar manche nicht berührt, so daß diese gar nicht zur Registrierung kommen. Vor allem hier muß man deshalb den Kurvenabstand auf der Lagekugel enger legen; dies geschieht bei spiraler Abtastung am besten dadurch (H. NEFF⁶⁴), daß man zusätzliche Registrierungen mit anderem ψ -Anfangswert durchführt, also etwa außer mit $\psi_0 = 0^\circ$ auch mit $\psi_0 = 180^\circ$ (Spiralabstand dann $\Delta\varphi = 2,5^\circ$) oder mit $\psi_0 = 0, 90, 180$ und 270° ($\Delta\varphi = 1,25^\circ$). Die Dauer der Messung wird dadurch allerdings verdoppelt bzw. vervierfacht.

Beim Siemens-Texturgoniometer muß man bei Aufnahme mehrerer Spiralen darauf achten, daß in jedem Fall die Ausgangsstellungen des φ -Teilkreises und die des zugehörigen Schrittschaltwerkes wieder die gleichen sind, weil sonst eventuell die Meßwerte der einzelnen Spiralen nicht genau im Gefügediagramm zusammenpassen. Die Diskontinuitäten durch den Antrieb mit Schrittschaltwerken machen sich sonst bei diesem Gerät nicht bemerkbar, wie schon H. NEFF⁶⁴ angab. Man kann hier übrigens auch die Winkelgeschwindigkeit von ψ verdoppeln und dadurch schon bei einer einzigen Registrierung einen Spiralabstand von $2,5^\circ$ erreichen; die Meßgenauigkeit ist dann aber wesentlich geringer.

Bei Kurven *ohne* unterscheidbare Einkristallmaxima genügt es dagegen oft, nur eine einzige normale Spirale auszumessen, weil diese schon die breiten Regelungsmaxima mit ausreichender Genauigkeit zeigt. Hier wird man dann aber bei kleinem φ zu schmale Maxima (etwa unter $\Delta\psi = 5^\circ$) zeichnerisch eliminieren und nicht im Gefügediagramm zur Darstellung bringen (vgl. Kapitel I, 9).

7. Weitere Bedingungen für die Probenbeschaffenheit

a) Kornzahl und Korngröße

Die beiden in Kapitel I, 6 betrachteten Fälle von Registrierkurven unterscheiden sich durch die Kornzahl der untersuchten Kristallart. Um den Idealfall eines auch in Einzelheiten reproduzierbaren Gefügediagramms zu erreichen, muß eine bestimmte Mindestzahl von Körnern ausgemessen werden. Nach F. HAESSNER⁴⁵ sind bei nicht zu schlechter Regelung 10^4 – 10^5 Körner erforderlich. Voraussetzung für die Reproduzierbarkeit ist dabei vor allem auch eine homogene Verteilung der Körner der betreffenden Kristallart in der Probe in bezug auf ihre Kornorientierung, d. h. ein in allen größeren Teilbereichen der Probe gleicher Grad der Gefügeregelung („Tropie“ nach B. SANDER⁸⁰; vgl. auch D. HOENES⁴⁹).

Bei einer vom Röntgenbündel bestrichenen Probenfläche von etwa 100 mm^2 bei einem monomineralischen Erz würde eine Mindestzahl von 10^4 Kristallen bei *gleich großen* Kornanschnitten einen maximalen Kornanschnitt-Durchmesser von je $0,1 \text{ mm}$ bedeuten. Da diese Voraussetzung aber auch bei einheitlicher Korngröße nicht zu erfüllen ist (zum quantitativen Zusammenhang zwischen Kornanschnitt- und Korngrößenverteilung vgl. MÜNZNER und SCHNEIDERHÖHN⁶³), müßte der mittlere Korndurchmesser noch kleiner sein. Zwar kommen gelegentlich so feinkörnige Erze vor; meist liegen aber die Korngrößen oft wesentlich höher.

Man muß deshalb bei Proben, die im bestrahlten Bereich weniger als rund 10^4 Kristalle enthalten, von vornherein damit rechnen, daß die erhaltenen Gefügediagramme *nicht in allen Einzelheiten reproduzierbar* sind! Dies gilt vor allem auch bei Proben mit verschiedenen Korngrößenklassen desselben Minerals.

Wichtig ist beim Texturgoniometer außerdem, daß sich die Lage des Röntgenflecks auf der Probenoberfläche laufend mit ψ ändert, bei jeder Änderung von φ auch seine Größe! Diese Abhängigkeit, die schon beim „Verteilungseffekt“

(Kapitel I, 5, d) berücksichtigt werden mußte, ist besonders groß im Normalfall einer Registrierung mit Parallelverschiebung der Probenoberfläche. Für die bereits in Abb. 3 verwandten apparativen Daten ist in Abb. 15 die Abhängigkeit der Fläche F' von φ nach Gl. (5) dargestellt.

Ein mit dem Texturgoniometer ermitteltes Gefügediagramm bezieht sich also — im Gegensatz etwa zu optischen Messungen oder zu photographischen Röntgentexturaufnahmen mit stehender Probe — *nicht* auf eine bestimmte Probenfläche, sondern es werden *sowohl* während einer Probendrehung um N *als auch* während der Probenneigung um K *laufend verschiedene Teile der Probenoberfläche ausgemessen*, die sich nur in einem mittleren Bereich überschneiden (und bei konstantem φ nach jeweils $\psi = 180^\circ$ wiederholen). Gerade aus diesem Grund ist von einer Ausmessung von Proben mit Verteilungsgruppen — sowohl der Kornarten wie auch der Kornorientierungen! — nach dieser Methode dringend abzuraten und vor einer Überbewertung der Genauigkeit einzelner Maxima zu warnen. Es kann der Fall eintreten, daß z. B. von einem Kristall, der nur während eines kleinen Drehbereiches berührt wird, nur einzelne Maxima registriert werden, die übrigen wegen der Kristallsymmetrie zu erwartenden aber nicht!

Innerhalb eines Kreises mit dem Durchmesser D [nach Gl. (4), Abb. 3] um die Probenmitte muß deshalb die Probe nicht nur homogen im Hinblick auf die Verteilung der untersuchten Kristallart, sondern auch *homogen in bezug auf den Grad der Gefüge-
regelung* (die „Tropie“) dieser Kristallart sein, wenn nicht das Gefügediagramm nur ungenaue Daten für die Regelung liefern soll. Starke Abweichungen von der Homogenität sind am besten bei der mikroskopischen Untersuchung der zu messenden Anschliffe (vgl. Kapitel II, 1) festzustellen.

Die Betrachtungen über die Kornzahl und Korngröße sind zunächst nur für die Probenoberfläche durchgeführt worden. Für die Frage, wie weit auch unter der Oberfläche liegende Körner berücksichtigt werden müssen, ist das Verhältnis von Korngröße zu Eindringtiefe maßgebend. Für die (senkrecht zur Probenoberfläche zu messende) *Eindringtiefe* l gilt, daß nur 1% der „wahren“ Intensität aus Tiefen reflektiert wird, für die

$$e^{-2\mu l / \sin \vartheta \cdot \cos \varphi} < 0,01$$

ist. (Gegenüber den Formeln in den Lehrbüchern muß hier zusätzlich die Abhängigkeit von φ durch den Faktor $\cos \varphi$ zum Ausdruck gebracht werden). Für die Eindringtiefe l erhält man daraus für mittlere Werte von $\vartheta = 25^\circ$ und $\varphi = 40^\circ$

$$l_{1\%} \approx \frac{2,3 \cdot \sin \vartheta \cdot \cos \varphi}{\mu} \approx \frac{0,75}{\mu} [\text{cm}]$$

und damit größenordnungsmäßig Beträge von 0,01 cm (für $\mu = 75$) bis 0,001 cm (für $\mu = 750$). Da die Korngrößen meist nicht wesentlich kleiner sind, gelten die Überlegungen zur

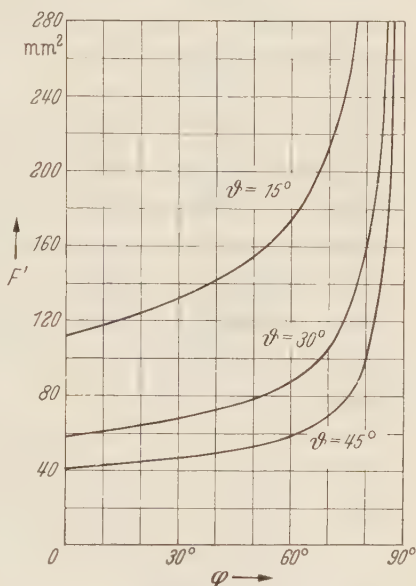


Abb. 15. Abhängigkeit der vom Röntgenstrahl während einer Parallelverschiebung der Probe bestrichenen Fläche F' (Abb. 2) von φ , für drei verschiedene Glanzwinkel ϑ und $h = 0,6$ mm, $b = 1,85$ mm (vgl. Abb. 3) und $P = 15,0$ mm berechnet aus Gl. (5)

Kornzahl und Korngröße auch noch bei Berücksichtigung der endlichen Eindringtiefe der Röntgenstrahlung.

b) Oberflächenzustand der Probe

Auf die Bedeutung des Oberflächenzustandes der untersuchten Probe für die Genauigkeit der Gefügemessungen wies schon F. HAESSNER⁴⁵ hin. Bei Erzen kommen allerdings Oberflächenbereiche der gleichen Kristallart mit abweichendem Gefüge, wie sie bei Metallen durch den Verarbeitungsprozeß erzeugt sein können, normalerweise nicht vor. Auch bei Erzen muß jedoch die Probe weitgehend eben (am besten poliert) sein; Oxydationskrusten oder sonstige störende Überzüge sind zu entfernen.

Im Normalfall einer Erzgefügemessung wird man schon mikroskopisch untersuchte *Anschliffe* als Proben verwenden. Die kleinen Bakelitringe für die Schleif- und Poliermaschine nach G. REHWALD⁷⁷ (40 mm Durchmesser, 15 mm Höhe) sind allerdings für ein direktes Aufsetzen auf das Siemens-Texturgoniometer zu hoch. Man kann sie aber nach Verkürzen des die Probe tragenden Stiftes und Absägen oder Abschleifen des Ringes von der Unterseite her (um etwa 4 mm) ohne Schwierigkeiten verwenden. (Es soll in diesem Fall noch ein Rest der Bohrungen für die Mitnehmerplatten der Maschine übrigbleiben, damit die Anschliffe bei Bedarf damit nachgeschliffen oder überpoliert werden können.)

Bei der Gefügemessung zu kleiner Proben (vgl. Kapitel I, 5, a) in Anschliffingen ist zu beachten, daß „Verteilungseffekte“ mit dem Kunstharz auftreten und daß dieses diffuse Interferenzen zeigt. Auch in diesem Fall ist die Verwendung kreisrunder und genau zentrierter Proben anzuraten.

8. Apparative Fehlerquellen

a) Mangelhafte Justierung der Probe

Eine wesentliche Fehlerquelle bei Gefügemessungen mit dem Texturgoniometer ist eine *mangelhafte Justierung* der Probenoberfläche zum Röntgenstrahl und zur Rotationsachse.

Einmal kann die Probenoberfläche in der Aufsetzstellung ($\varphi = 90^\circ$) zu hoch oder zu tief gegenüber der (horizontalen) Ebene des Röntgenstrahls liegen. Diese Fehlermöglichkeit ist beim Siemens-Texturgoniometer durch eine mitgelieferte Justierhilfe (von oben einsetzbare Andruckplatte) weitgehend ausgeschaltet. Ähnliche, nur umständlichere Justierhilfen wurden für diesen Zweck bereits von CHERNOCK, MUELLER, FISH und BECK²¹ und von J. SINGER⁹¹ entwickelt, nachdem CHERNOCK und BECK²⁰ die dabei möglichen Fehler eingehend untersucht hatten.

Wichtig ist vor allem die zweite Fehlermöglichkeit: Die Probenoberfläche kann in der Aufsetzstellung *zur Ebene des Röntgenstrahls geneigt*, also schief aufgesetzt sein. Die Probennormale fällt dann nicht mehr mit der Drehachse N zusammen, sondern führt bei der Drehung Präzessionsbewegungen um N aus, was vor allem bei großem φ zu starken Intensitätsschwankungen führen kann. Ihr Ausmaß schon bei kleinen Justierfehlern zeigt Abb. 16.

Eine solche Dejustierung kann beim Siemens-Texturgoniometer daher rühren, daß bei der dem Verf. zur Verfügung stehenden Ausführung der Probenschlitten auf einer Seite durch ein federndes Lager gehalten wird. Beim Andrücken der mit Klebwachs befestigten Probe kann dieses Lager nachgeben und der Schlitten auf den unter 45° geneigten Gleitflächen einseitig abrutschen. Die maximal entstehende Dejustierung beträgt dabei $\delta \approx 2^\circ 10'$.

Zur *Abhilfe* kann man vor dem Andrücken der Probe Blechstücke geeigneter Stärke auf beiden Seiten zwischen Schlitten und Schlittenträger unterschieben. Besser ist eine kleine apparative Änderung: Man ersetzt am einfachsten das federnde Gleitlager durch ein festes, an den Schlitten angeschraubtes, das man zweckmäßig aus Kunststoff (Hartgewebe) herstellt. Die horizontale Justierbarkeit geht dadurch nicht verloren, nur die Erdung des

Schlittens. Man muß diese durch eine Kontaktfeder wieder herstellen, damit nicht bei Gebrauch der Nullmarke (für die Drehung um N) des Siemens-Kompensographen störende Ausschläge in der Registrierkurve auftreten.

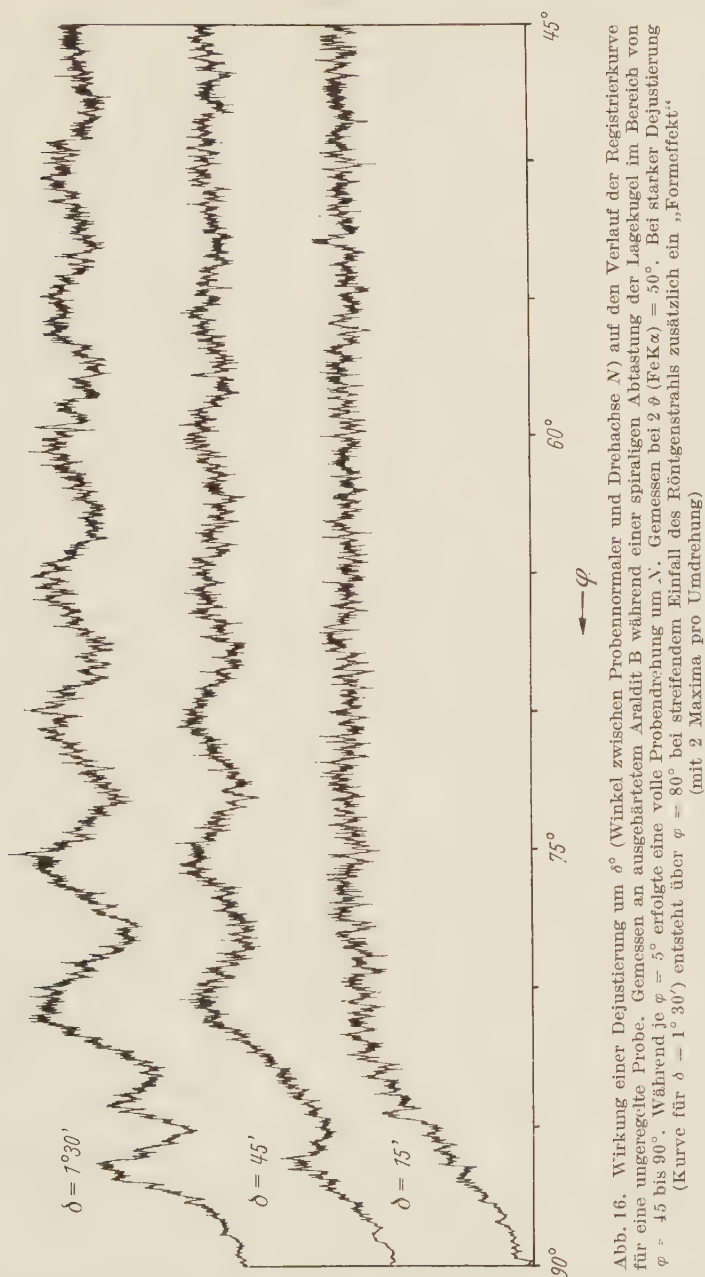


Abb. 16. Wirkung einer Dejustierung um δ° (Winkel zwischen Probennormaler und Drehachse N) auf den Verlauf der Registrierkurve für eine ungeriegelte Probe. Gemessen an ausgehärtetem Araldit B während einer spiralförmigen Abtastung der Lagekugel im Bereich von $\varphi = 45$ bis 90° . Während je $\varphi = 5^\circ$ erfolgte eine volle Probendrehung um N . Gemessen bei $2\theta(\text{FeK}\alpha) = 50^\circ$. Bei starker Dejustierung (Kurve für $\delta = 1^\circ 30'$) entsteht über $\varphi = 80^\circ$ bei streifendem Einfall des Röntgenstrahls zusätzlich ein „Formeffekt“ (mit 2 Maxima pro Umdrehung)

Die zweite Fehlerquelle einer Verkipfung der Probenoberfläche liegt in der Befestigung der Probe. Das Befestigungsmittel kann schon beim Entfernen der Andruckplatte nachgeben, insbesondere aber auch während der Messung, bei der ja die Probe laufend hin- und herbewegt

wird. Eine solche Dejustierung tritt besonders bei schwereren Anschliffen nicht selten bei kleinen φ -Werten auf.

Das Befestigungsmittel muß beim Andrücken plastisch sein und gut haften, darf aber während der Messung nicht plastisch bleiben. Bei den Messungen des Verf. erwies sich Klebwachs als am geeignetsten; man muß nur darauf achten, daß die Raumtemperatur bei der Messung nicht über 20°C steigt. Eine Befestigung mit Klebmitteln hoher Erweichungstemperatur (Siegelack o. a.) wäre nur außerhalb des Goniometers mit einem auswechselbaren Probenhalter und einem zu entwickelnden besonderen Justiergerät durchführbar.

Derartige Dejustierungen der Probenoberfläche erzeugen in der Registrierkurve jeweils ein *Maximum* pro Probendrehung, im Gegensatz zum Form- und zum Verteilungseffekt, bei denen je zwei Maxima pro Umdrehung entstehen. Die Größe der Ausschläge nimmt mit steigendem φ laufend zu (vgl. Abb. 16).

Es ist also notwendig, nach dem Andrücken — und eventuell auch während der Messung, insbesondere nach Unterbrechung über Nacht — die Justierung der Probenoberfläche genau zu kontrollieren. Im Normalfall genügt hierfür eine kleine leichte Libelle, die man auf die Probenoberfläche bei $\varphi = 90^{\circ}$ auflegt und während einer Probendrehung (von Hand) beobachtet. (Das Goniometer wie auch der Probenträger sind ja ohnehin mit der eingebauten und der aufsteckbaren Libelle horizontal einjustiert.)

Eine empfindliche Kontrolle besteht auch in einer Messung des *Streuuntergrundes* (der in gleicher Weise wie die „wahre“ Intensität vom Dejustierungseffekt betroffen wird) bei hohen φ -Werten, weil sich hier schon geringe Dejustierungen durch starke Intensitätsschwankungen bemerkbar machen (Abb. 16). Es ist deshalb zu empfehlen, vor und nach jeder Messung eine Vergleichsmessung des Untergrundes (außerhalb der Reflexe) etwa bei konstantem $\varphi = 80^{\circ}$ über mindestens eine Probendrehung vorzunehmen.

Die in diesem Abschnitt behandelten Fehler durch mangelhafte Justierung der Probe fallen bei einer anderen Konstruktion des Probenhalters nach GREWEN, SEGMÜLLER und WASSERMANN⁴⁴ praktisch völlig weg, weil hier die Probe von hinten gegen einen festen Ring am Probenträger gedrückt wird. Dieses Prinzip der Befestigung läßt sich jedoch bei einem Goniometer mit zwei gleichzeitigen Probenbewegungen (spiralige Abtastung) nur schwer verwirklichen. Beim Verfahren von GREWEN, SEGMÜLLER und WASSERMANN findet nur eine Probenbewegung auf Kleinkreisen der Lagekugel statt, während die Neigung der Probe um φ schrittweise mit der Hand eingestellt wird. Diese Art der Bewegung kann aber durch einen Umschaltmechanismus (z. B. bei A. H. GEISLER⁴⁰) auch automatisiert werden.

b) Weitere apparative Fehlerquellen, insbesondere der Blendenöffnungen

Die Öffnung der einzelnen Blenden am Texturgoniometer ist nicht nur maßgebend für die Einhaltung der Grundbedingung beim Reflexionsverfahren nach L. G. SCHULZ, daß die gesamte reflektierte Intensität vom Zählrohr aufgenommen werden muß [vgl. Gl. (1)], sie beeinflusst auch stark die *Form der Reflexe in Abhängigkeit von ϑ* , die für die Wahl des Glanzwinkels und damit für die Vermeidung von Koinzidenzen mit Fremdreflexen wichtig ist (vgl. Kapitel I, 12).

Für die *Reflexform* gelten hier zunächst alle linienverbreiternden Faktoren, wie sie für Messungen mit normalen Zählrohrgoniometern etwa bei KLUG u. ALEXANDER⁵⁴, S. 246ff., oder bei H. NEFF⁶⁷, S. 200ff. eingehend behandelt sind. Bei Messungen mit dem Texturgoniometer überwiegt davon jedoch der Einfluß der *Blendenöffnungen*, insbesondere des Zählrohrspaltes, bei weitem.

Im Gegensatz zum normalen Zählrohrgoniometer wird hier ja die *Breite der Zählrohrblende möglichst groß* gewählt, damit während der zunehmenden Neigung um φ möglichst lange das gesamte reflektierte (und zunehmend divergierende) Röntgenbündel vom Zählrohr aufgenommen werden kann. Nur dann ist eine einfache Auswertung der erhaltenen Registrierkurven für die Konstruktion eines Gefügediagrammes möglich; Korrekturen für den an der Zählrohrblende verlorengehenden Anteil wären nur schwierig durchzuführen.

Die Form eines in Abhängigkeit von 2θ mit dem Texturgoniometer gemessenen Reflexes zeigt Abb. 17. Die Halbwertsbreite bleibt trotz variabler Aperturbliendenbreite praktisch konstant (etwa $3,0-3,5^\circ$) und entspricht praktisch der Breite der Zählrohrblende in Winkelgraden (im Beispiel 10 mm Breite bei innerer Stellung des Zählrohrs). Dies rührt daher, daß so lange Strahlung an einer bestimmten Stelle des Goniometerumfanges registriert werden kann, wie die Zählrohröffnung diese Stelle durchläuft.

Wichtig ist aber auch die *Breite der Aperturbliende*, von der die Intensitätsunterschiede in Abb. 17 herrühren. Sie bestimmt die Breitendivergenz des primären Röntgenbündels. (Es wird hier von den Verhältnissen bei Verwendung des Strichfocus der Röntgenröhre ausgegangen). Bei einer kontinuierlichen Bewegung von Probe und Zählrohr (wie beim normalen Zählrohrgoniometer, bei der das Zählrohr um den doppelten Winkel gegenüber der Probe gedreht wird) reflektiert ein Einkristall wegen dieser Divergenz so lange unter einem bestimmten Glanzwinkel, wie der Kristall selbst um einen θ -Wert gleich dem vollen Divergenzwinkel 2Δ des Primärstrahlbündels gedreht wird. Damit das Zählrohr dabei noch die gesamte auf die Zählrohrblende fokussierte Strahlung aufnehmen kann, dürfte dann der Drehbetrag der Probe und damit auch der Winkel 2Δ nicht größer als die halbe Breite der Zählrohrblende im Winkelmaß sein. Diese Bedingung (die wegen der Defokussierung bei ebenen Proben noch zu verschärfen wäre) gilt aber nur bei einer Proben- und Zählrohrbewegung in Richtung θ . Im Normalfall der Messung mit dem Texturgoniometer bleibt das Zählrohr *stehen*, und es läßt sich dann keine strenge Bedingung für die Breite der Aperturbliende ableiten. Wegen der mit wachsendem 2Δ stark zunehmendem Defokussierung (Abweichung von der strengen Seemann-Bohlin-Bedingung) sollte die Aperturbliende jedoch nicht zu weit geöffnet werden.

Eine zweite Bedingung für die Aperturbliendenbreite besteht darin, daß bei polykristallinen Proben der gleichzeitig erfaßte Winkelbereich auf den Kleinkreisen oder Spiralbögen in ψ gleich 2Δ ist. Damit keine zu starke „Verschmierung“ der Regelungsmaxima eintritt, sollte 2Δ nicht größer als etwa die Hälfte der angenommenen mittleren Breite eines Einkristallmaximums ($E = 4^\circ$) sein, damit solche Maxima nicht merklich verbreitert werden (vgl. Kapitel I, 6, a).

Aus Intensitätsgründen (s. Abb. 17) sollte aber die Aperturbliendenbreite auch nicht zu eng gewählt werden. Werte von 1–2 mm sind für die benutzte Anordnung am günstigsten.

Die *Höhe der Aperturbliende* dient zur Parallelisierung des Röntgenbündels vor der festen Spaltblende; sie sollte nicht kleiner sein als die der Spaltblende (0,5 mm), aber auch nicht wesentlich größer.

Die *Höhe der Zählrohrblende* schließlich wird man wegen der mit φ zunehmenden Defokussierung (vgl. Kapitel I, 4) nicht zu klein wählen; sie kann ebenso wie die Breite 10 mm betragen.

Eine weitere apparative Bedingung ist die weitgehende *Monochromasie* der verwandten Röntgenstrahlung. Ein instruktives Beispiel einer Störung einer Gefügeuntersuchung durch Strahlung fremder Wellenlänge beschrieb A. H. GEISLER⁴¹. Wegen der möglichen Anregung von Fluoreszenzstrahlung erfolgt

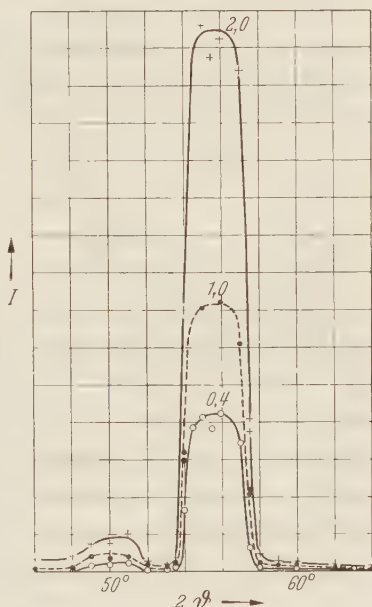


Abb. 17. Form eines Reflexes in Abhängigkeit von 2θ und Aperturbliendenbreite (in Millimeter angegeben), gemessen an Pyrrhotin-Einkristall, Trep̄a, || (0001) geschnitten, in Einzelmessungen bei konstantem $\varphi = 45^\circ$, $\tau = 8,5$ sec, FeK α -Strahlung. Aperturbliende und Zählrohr in innerer Stellung, Strichfocus. Als Intensität I ist der Registrierkurvenausschlag in willkürlichen Einheiten aufgetragen. (Das kleine Maximum um $2\theta = 50^\circ$ rührt vom Rest der FeK β -Strahlung her)

das Wegfiltern der $K\beta$ -Strahlung zweckmäßig wie beim Siemens-Texturgoniometer erst direkt vor dem Zählrohr (vgl. F. HAESSNER⁴⁵).

Die übrigen apparativen Fehlerquellen brauchen nur kurz gestreift zu werden. Selbstverständlich ist gute Hochspannungskonstanz sowohl für die Röntgenröhre als auch für das Zählrohr erforderlich. Das Texturgoniometer muß in sich wie auch zum Röntgenstrahl einwandfrei justiert sein, wobei beim Gerät der Firma Siemens & Halske entweder nur die innere oder nur die äußere Stellung für Aperturblende und Zählrohr zu verwenden ist (wegen der Einhaltung der Fokussierungsbedingungen nach BRAGG-BRENTANO).

9. Wege der Darstellung der Meßergebnisse

Für die Darstellung der Meßergebnisse ist — wie in der Gefügekunde, auch in der Metallkunde, üblich — die Übertragung der Daten in der Registrierkurve

in eine *Lagekugelprojektion* zweckmäßig. Man verwendet hier die winkeltreue *stereographische Projektion* (Wulffsches Netz). Die Übertragung geschieht beim Siemens-Texturgoniometer auf mitgelieferten

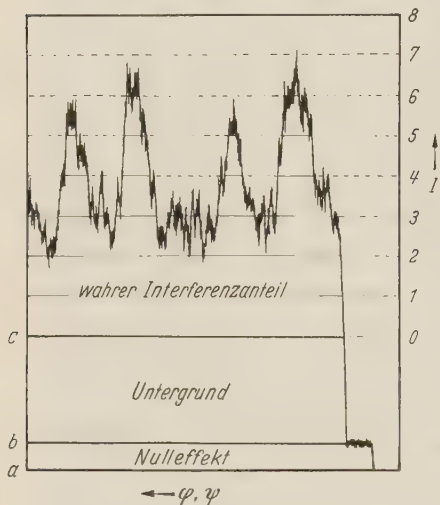


Abb. 18

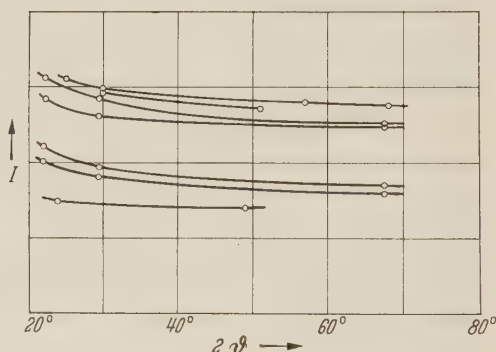


Abb. 19

Abb. 18. Schematische Darstellung der Auswertung der Fläche unter der Registrierkurve. a = Nullpunkt des Schreibers; b = Höhe des Nulleffektes; c = Höhe des Streuuntergrundes (bestimmt in Kontrollmessungen außerhalb der Reflexe, vgl. Abb. 19); I = willkürlicher Maßstab für die Konstruktion der Linien gleicher Besetzungsdichte (Isopyknen)

Abb. 19. Lage gemessener Untergrundniveaus (nach Tabelle 3) in Abhängigkeit von 2θ ($\text{FeK}\alpha$). Intensitätsangaben I in willkürlichen Einheiten

Auswertespiralen (vgl. H. NEFF^{64, 65}), in denen man für Messungen nach dem Rückstrahlverfahren allerdings die Neigungswinkel zweckmäßig im Zentrum mit $0^\circ (= \varphi)$ beginnen läßt.

Ein Umweg über die *flächentreue* Lambertsche Projektion (Schmidtsches Netz) wie bei optischen Messungen ist höchstens bei Kurven mit getrennten Einkristallmaxima erforderlich. Außerdem ist die Verwendung der flächentreuen Projektion notwendig, wenn das Gefüge weiter durch Kennziffern für den Orientierungsgrad (B. SANDER⁸⁰ 1950, S. 91; H. W. FAIRBAIRN³⁴, F. K. DRESCHER-KADEN²⁶, O. BRAITSCH^{12, 13}) charakterisiert werden soll (vgl. auch C. G. DUNN²⁷).

Bei Kurven ohne unterscheidbare Einkristallmaxima kann man die *Amplitude* an jeder Stelle der Registrierkurve unmittelbar als Maß für die Besetzungsdichte verwenden (Kapitel I, 6, b). Dies gilt jedoch nur für den „wahren Interferenzanteil“. Der Nulleffekt und die diffuse Untergrundstreuung müssen deshalb zunächst von der Gesamtamplitude abgezogen werden (vgl. Abb. 18). Dies wird

dadurch erleichtert, daß der Nulleffekt und im Normalfall auch der Streuuntergrund (bis $\varphi = 70^\circ$) praktisch *konstant* bleiben, wenn nicht besondere Fehlerquellen (Kapitel I, 5) vorliegen.

Den *Nulleffekt* (Höhenstrahlung usw.), den man zweckmäßig zusammen mit der Untergrundstreuung von der Gesamthöhe der Registrierkurve abzieht, bestimmt man — wenn nötig — durch Registrierung ohne Röntgenstrahlung oder bei abgedecktem Zählrohr.

Der *Streuuntergrund* setzt sich aus verschiedenen Komponenten zusammen, die hier nicht einzeln behandelt werden sollen. Wesentliche Anteile entstehen durch Streuung an Baufehlern der Kristalle; daneben spielt auch Röntgenstrahlung fremder Wellenlänge eine Rolle. Da die Höhe des Streuuntergrundes annähernd von $1/\mu_m$ abhängt, muß man sie zweckmäßig an *derselben* Probe bestimmen, an der auch die Gefügemessungen durchgeführt werden. Dies gilt vor allem dann, wenn die Probe aus mehreren Mineralen besteht und wenn „Formeffekte“ oder „Verteilungseffekte“ vorliegen.

Die *Messung* des Untergrundes kann auf verschiedene Weise erfolgen. Einmal sinkt die Intensität der Interferenzmaxima bei Kurven mit getrennten Einkristallmaxima zwischen diesen meist auf Null, d. h. auf den Untergrundwert, ab. Bei Kurven polykristalliner Proben ist dies allerdings höchstens an einzelnen Stellen der Fall; immerhin bedeuten die niedrigsten Kurvenpunkte eine zusätzliche Kontrolle für den auf andere Weise bestimmten Untergrund.

Im Normalfall muß man also zur zweiten Möglichkeit greifen, die Stellung des Zählrohrs und/oder des gesamten Präparateträgers zu verändern. Man muß dabei einen Bereich einstellen, in dem keine Reflexe auftreten. Wegen deren Breite (vgl. Abb. 17) sind solche Bereiche besonders bei Proben mit mehreren Mineralen nur in geringer Zahl vorhanden. In Tabelle 3 sind deshalb für einige untersuchte Mineralkombinationen die für Untergrundmessungen günstigsten 2θ -Werte für die Zählrohrstellung aufgeführt. Die Höhe des Untergrundes für den zu messenden Reflex muß dann extrapoliert werden; die Abhängigkeit solcher Untergrundintensitäten von 2θ ist für die Messungen nach Tabelle 3 in Abb. 19 dargestellt. Bei 2θ ($\text{FeK}\alpha$) $< 25^\circ$ steigen die Kurven an; die Untergrundbestimmung wird dort also unsicherer.

Tabelle 3. Für Untergrundmessungen bei bestimmten Mineralkombinationen verwendbare 2θ -Werte (für $\text{FeK}\alpha$ -Strahlung) (vgl. Abb. 19)

Mineralkombination	Untergrundmessung bei 2θ ($\text{FeK}\alpha$)		
Sphalerit, Pyrit, Galenit . .	25,0 od.	51,0 od.	(69,0)
Pyrit, Quarz	22,0	29,5	67,5
Chalkopyrit, Pyrit	25,0	30,0	57,0 68,0
Pyrrhotin	30,0	51,0	
Hämatit	24,0	49,0	

Während bei vielen Goniometern die Stellung von Probensträger und Zählrohr gekoppelt ist (die Probenoberfläche bzw. ihre Schnittgerade mit der Horizontalen K nach Abb. 1 steht dann immer unter der Hälfte des Winkels zum Primärstrahl, den die Zählrohrachse zu ihm einnimmt), ist beim Siemens-Texturgoniometer keine mechanische Koppelung vorhanden, so daß man auch die Möglichkeit hat, Zählrohr oder Präparateträger *einzel*n aus der Interferenzstellung herauszudrehen. Da jedoch auch hier immer Voraussetzung für ein Verlassen des Reflexbereiches ist, daß zumindest das *Zählrohr* daraus entfernt ist, bestehen für ein Herausdrehen nur des Zählrohres keine Unterschiede gegenüber dem gekoppelten Herausdrehen: Es sind dieselben 2θ -Werte mit dem Zählrohr einzustellen, wie sie in Tabelle 3 angegeben sind.

Für die quantitative Auswertung des von den eigentlichen *Interferenzmaxima* herrührenden Teiles zwischen Untergrundwert und gemessener Registrierkurve (Abb. 18) gibt es verschiedene Möglichkeiten.

Der einfachste Weg ist eine Unterteilung der Fläche vom Untergrundwert ab in parallele, gleich große Streifen, deren Abstand nach der gewünschten Zahl der Einzeldaten gewählt werden kann. (Ist der Bereich der Linearität von Impulszahl und Amplitude überschritten, dann müssen die Abstände nach oben abnehmen.) Die Schnittpunkte der Registrierkurve mit den Amplitudeneinheiten können dann einzeln in ein Gefügediagramm (über die Auswertespirale) übertragen und dort zu *Linien gleicher Besetzungsdichte* („Isopyknen“) verbunden werden. Diese Isopyknen bilden dann ein Maß für die *relativen* Verhältnisse der Besetzungsdichten für die einzelnen Richtungen.

Man kann auch den Abstand zwischen Untergrundwert und Registrierkurve (in willkürlichen Einheiten) an bestimmten Stellen der Kurve ablesen und aus den in das Diagramm eingetragenen Zahlenwerten ebenfalls Isopyknen konstruieren.

Es wurde bereits darauf hingewiesen, daß bei diesen Verfahren der Darstellung manche Einzelheiten der Registrierkurve verlorengehen. Da diese jedoch meist ohnehin nicht reproduzierbar sind, tritt dadurch kein wesentlicher zusätzlicher Fehler auf. Eine übertriebene Genauigkeit ist unnötig.

Zweckmäßig eliminiert man sogar bei Kurven *ohne* getrennte Einkristallmaxima die nicht reproduzierbaren schmalen Einzelheiten dadurch, daß man etwa auf einem aufgelegten Deckblatt mit Hand eine *vereinfachte* Registrierkurve zeichnet, die über die nicht darstellbaren Einzelheiten möglichst exakt mittelt. Diese vereinfachte Registrierkurve legt man dann der weiteren Auswertung zugrunde. Man wird dieses Verfahren vor allem bei kleinen φ -Werten nahe dem Zentrum des Gefügediagramms anwenden. Bei Kurven mit *getrennten* Einkristallmaxima kommt es allerdings kaum in Betracht (vgl. Kapitel I, 6, c).

Neben der Darstellung in willkürlichen Einheiten ist in der Metallkunde die Darstellung in „*Vielfachen der Intensität bei regelloser Orientierung*“ eingeführt worden (ASTM-Report³, A. H. GEISLER³⁹, vgl. auch H. NEFF⁶⁶), um *absolute* Daten über die Regelung zu erhalten. Dazu wird zum Vergleich die „wahre“ Intensität für eine Probe des gleichen Materials mit statistischer Verteilung aller Orientierungen bestimmt; die Meßwerte werden dann auf dieses Intensitätsniveau bezogen.

Für die Untersuchung von Erzen ist aber eine Herstellung solcher *ungeregelter Proben* praktisch kaum durchführbar, insbesondere bei Proben aus mehreren Mineralen. Streupräparate des gleichen Materials kommen wegen der geringeren Packungsdichte und damit eines geringeren Absorptionskoeffizienten nicht in Frage, höchstens gepreßte Pastillen. Bei anderen Proben der gleichen Minerale kann der Streuuntergrund abweichend sein.

Will man die Besetzungsdichten in der Lagekugelprojektion auf die einer unregelmäßigen Probe beziehen, dann ist gerade bei Erzen der von GREWEN, SEGMÜLLER u. WASSERMANN⁴⁴ gewählte Weg, diesen Mittelwert durch *zeichnerische Integration* zu gewinnen, wesentlich sicherer, weil man hier schon von der Meßkurve selbst ausgeht. Das Verfahren ist in der genannten Arbeit angegeben und mit einem Planimeter in einer annehmbaren Zeit ausführbar.

Wichtig für die Darstellung von *Erzgefügemessungen* — wie auch von Metalltexturen — ist vor allem, daß die Isopyknen *linear* den Anstieg der Besetzungsdichten angeben sollen. Die so erhaltenen Gefügediagramme entsprechen dann den schon lange in der Gefügekunde üblichen Darstellungen. Dagegen erscheinen die oft für Metalltexturen benutzten quadratischen oder sogar ungleichmäßigen Isopyknenabstände unzweckmäßig. Im Normalfall wird bei Erzgefügeunter-

suchungen die einfachere *relative* Darstellung unter Verwendung willkürlicher Einheiten (vgl. S. 366 oben und Abb. 18) jedoch ausreichen.

10. Problem der Erfassung der Randzonen des Gefügediagramms

In der Metallkunde ist es jetzt üblich, zur Aufnahme *vollständiger* Gefügediagramme eine Kombination des Rückstrahlverfahrens nach L. G. SCHULZ mit dem Durchstrahlverfahren nach DECKER, ASP und HARKER an einer einzigen Probe anzuwenden. Dazu sind Proben einer ganz bestimmten Dicke (in Abhängigkeit von μ und ϑ) erforderlich, die für beide Verfahren in besonders konstruierten Probenhaltern benutzt werden können. Im Rückstrahlverfahren sind meist nur Reflexe bei niedrigem 2ϑ zu verwenden. Die Aufnahmen der Zentralzone (Rückstrahlverfahren) und der Randzone (Durchstrahlverfahren) werden dann im Überlappungsbereich aneinander angehängt.

Bei *Erzproben* ist diese Methode schon deshalb praktisch undurchführbar, weil kaum so dünne Proben hergestellt werden können. Nach den bei H. NEFF⁶⁶ angegebenen Bedingungen für Messungen bis zu $2\vartheta = 32^\circ$ ist die erforderliche Schichtdicke hier $\cos \vartheta/\mu$; bei $2\vartheta = 32^\circ$ erhält man dann größenordnungsmäßig 0,1–0,01 mm Schichtdicke. Dieses Verfahren wäre außerdem bei mehrphasigen Derberzen mit starken Unterschieden im μ höchstens für einzelne Komponenten anwendbar. Schließlich könnten dann keine normalen Anschliffe mehr für die Untersuchung verwandt werden.

Da die Rückstrahlaufnahme mit dem Texturgoniometer bereits einen sehr großen Teil des Gefügediagramms liefert, ist es deshalb bei Erzuntersuchungen in den meisten Fällen zweckmäßig, auf die Aufnahme der *Randzone* zu verzichten.

Man kann den erfaßten Bereich zum Rand hin noch vergrößern, wenn man auch die Zone des allgemeinen Intensitätsabfalls über $\varphi = 70^\circ$ in die Auswertung einbezieht. Dabei sind allerdings die gemessenen „wahren“ Intensitäten proportional zum Abfall des getrennt zu messenden Streuuntergrundes zu korrigieren. Die Genauigkeit der Messung nimmt dadurch schnell ab. Außerdem sind gerade diese Randbereiche sehr empfindlich gegen schon geringe „Form-“ und „Verteilungseffekte“ (vgl. Abb. 16) sowie besonders auch Dejustierungsfehler. Trotzdem ist es in den meisten Fällen möglich, die gemessenen Gefügediagramme bis zu $\varphi = 80^\circ$ auszudehnen.

11. Nachweisbarkeitsgrenze der Gefüge von Einzelmineralen

Eine quantitative Formulierung für den kleinsten Volumanteil eines Einzelminerals in einer mehrphasigen Probe, der bei einem bestimmten Regelungsgrad R (Besetzungsdichte der betrachteten Raumrichtung im Vergleich zum unregelmäßigen Fall) noch nachweisbar ist, erhält man, wenn man die von W. v. ENGELHARDT³⁰, Gl. (26) für die Analyse unregelmäßiger Pulvergemische angegebene Gleichung für *Volumanteile* umformt und zusätzlich diesen Faktor R einführt:

$$y_{\min} = \frac{I_{\min}}{\mu_a \cdot I_{a1}} \cdot \mu_m \cdot \frac{1}{R} = N' \cdot \frac{\mu_m}{R}. \quad (12)$$

Diese Gleichung gilt für polykristalline Proben ohne Koinzidenzen mit Fremdreflexen. Darin stellt wieder μ_m den linearen Schwächungskoeffizienten der gesamten bestrahlten Probe, μ_a den des Einzelminerals dar. I_{a1} ist die Linienintensität des reinen, unregelmäßigen Minerals und $I_{\min}$ die geringste mit der vorhandenen Apparatur nachweisbare Intensität. Der Faktor $I_{\min}/\mu_a \cdot I_{a1} = N'$ ist für jedes Mineral und für eine bestimmte Apparatur eine Konstante.

Zahlenwerte von $N = N' \cdot \varrho_a$ für einige Minerale und die von ihm benutzte Apparatur gab W. v. ENGELHARDT²⁹, Tabelle 11, an. Sie liegen zwischen $2 \cdot 10^{-4}$ für Calcit und Dolomit und $15 \cdot 10^{-4}$ für Quarz und gelten dort für CuK α -Strahlung und die jeweils ausgemessenen starken Reflexe.

Nach Gl. (12) errechnet man z. B. unter Bedingungen wie in²⁹ für die Nachweisbarkeitsgrenze von Quarzgefügen in Hämatit-Quarz-Erzen bei $R = 0,5$ (wenn also noch Stellen mit der halben Besetzungsdichte einer unregelmäßigen Probe gleicher Volumanteile nachweisbar sein sollen) für CuK α -Strahlung einen Mindestanteil von rund 60 Vol.-% (μ_m ändert sich ebenfalls mit y_a !).

Die Nachweisbarkeitsgrenze schwankt also mit dem Quotienten μ_m/μ_a , so daß stärker absorbierende Kristallarten schon bei geringeren Prozentgehalten zu erfassen sind als schwächer absorbierende. Zu dieser zuerst von ALEXANDER und KLUG¹ angegebenen Abhängigkeit vgl. auch W. v. ENGELHARDT^{29, 30}.

12. Bedingungen für die Wahl der zu messenden Reflexe

Die wichtigste Bedingung für die Wahl des Glanzwinkels ϑ (und damit auch der Zählrohrstellung) ist die, daß unter diesem Winkel nur der gewünschte Reflex reflektieren darf. Da nach Kapitel I, 8, b die Reflexbreite in Abhängigkeit von 2ϑ praktisch der Zählrohrblenden-Breite (im Winkelmaß eines Kreises um den Goniometermittelpunkt) entspricht, müssen die Zentren der Reflexe also mindestens um die *Halbwertsbreite* voneinander entfernt sein, damit *keine Koinzidenz* auftritt.

Im Normalfall *völliger Öffnung* der Zählrohrblende ist dieser Mindestabstand von rund $3,5^\circ$ (vgl. Abb. 17) für FeK α -Strahlung und meist auch für CuK α -Strahlung bei den Reflexen eines einzigen Minerals meistens gewährleistet, zumindest bei d -Werten über $2,0 \text{ \AA}$. Bei Proben mit *mehreren* Kristallarten ist diese Bedingung jedoch nur manchmal zu erfüllen, so daß bei vielen Mineralkombinationen Messungen in einem bestimmten Reflex bei *völliger* Zählrohrblenden-Öffnung höchstens bei sehr großen Mengenunterschieden möglich sind. In Sonderfällen kann auch eine Messung *außerhalb des Zentrums* eines Reflexes zum Ziele führen.

Bei Reflexabständen *unter* $3,5^\circ$ (bei den gewählten Bedingungen) erreicht man eine bessere Auflösung und eine Verringerung der Halbwertsbreiten durch ein *Schließen der Zählrohrblende*, muß dabei jedoch in Kauf nehmen, daß die Randzone des allgemeinen Intensitätsabfalls schon unter $\varphi = 70^\circ$ beginnt (bei einer Zählrohrblenden-Breite von $3,0$ statt $10,0 \text{ mm}$ etwa schon um $\varphi = 55^\circ$). Die Halbwertsbreite und damit der noch nötige Abstand der Reflexzentren entspricht wieder praktisch der Zählrohrblendenöffnung im Winkelmaß (eine geringe Verlagerung der Reflexzentren bei höherem φ kann hier meist vernachlässigt werden). Man muß dann nur zusätzlich eine Aufnahme des *Streuuntergrundes* über den gesamten Aufnahmebereich durchführen und die „wahren“ Intensitäten proportional zum Abfall des Untergrundes *korrigieren*, wie dies schon in Kapitel I, 10, angegeben wurde.

Bei *völliger Koinzidenz* zweier Reflexe sind Gefügemessungen nur bei großen Mengenunterschieden möglich.

Das kleinste Volumverhältnis zweier Kristallarten A und B , über dem durch einen koinzidierenden Reflex von B nur Fehler unter 5% bei der Messung von A hervorgerufen werden, ist [in Anlehnung an W. v. ENGELHARDT³⁰, Gl. (21)]

$$\left(\frac{v_a}{v_b}\right)_{\min} = \frac{(100-5)}{5} \cdot \frac{R_b}{R_a} \cdot C'_{ab}. \quad (13)$$

Darin bezeichnet R_b den maximalen Regelungsgrad (S. 367) von B , R_a dagegen den *niedrigsten* von A , der noch erfaßt werden soll. Das Glied C'_{ab} ist für die Untersuchung zweier bestimmter Reflexe zweier Kristallarten konstant; es ist $C'_{ab} = \mu_b \cdot I_{b1}/\mu_a \cdot I_{a1}$. Dazu muß das Verhältnis

der Absolutintensitäten I_{01}/I_{a1} der betreffenden Reflexe der Reinminerale (vgl. W. v. ENGELHARDT³⁰) bekannt sein.

Bei gleich starken Reflexen gleich stark absorbierender Minerale ergibt sich aus Gl. (13) schon bei $R_b = 2$ und $R_a = 0,5$ im Zweikomponentensystem ein Mindestgehalt von rund 97 Vol.-% für A!. Messungen der Gefügeregelung an koinzidierenden Reflexen sind also nur für den stärkeren Reflex und bei sehr geringen Anteilen des störenden Minerals möglich. (Das kürzlich von v. ENGELHARDT und HAUSSÜHL³¹ für die Mengenanalyse von Pulvergemischen mit koinzidierenden Reflexen benutzte Verfahren ist hier nicht anwendbar, weil zusätzlich die Regelungsgrade R_a und R_b als Unbekannte eingehen.)

In manchen Fällen kann man die Meßbarkeit durch Wahl einer anderen Wellenlänge der Röntgenstrahlung, also durch Änderung von μ_a und μ_b , verbessern (vgl. Tabelle 1).

Tabelle 4. Wichtigste für die Gefügeanalyse brauchbare Reflexe einiger wichtiger Erzminerale mit Angabe störender häufiger Begleitminerale. (Bei schwankender chemischer Zusammensetzung nur annähernd gültig.) $H/2$ = Flächenhäufigkeitszahl auf der dargestellten halben Polkugel

Mineral	d (Å)	$2 \theta_{\text{FeK}\alpha}$	hkl	$\frac{H}{2}$	Wird gestört durch
Graphit . .	3,35	33,6	0002	1	Quarz
Sphalerit. .	3,12	36,15	111	4	Chalkopyrit, Pyrrhotin, Galenit, (Pyrit), Baryt
	1,91	60,9	220	6	Chalkopyrit, Bornit, Pyrit
Chalkopyrit	3,00	37,6	112	4	Sphalerit, Pyrrhotin, Fahlerz, Galenit, Covellin, (Pyrit), Baryt
	1,85	63,05	220	2	ged. Kupfer, Sphalerit, Fahlerz, (Quarz)
Pyrrhotin .	2,97	38,05	10 $\bar{1}$ 0	3	Sphalerit, Chalkopyrit, Galenit, Pyrit
	2,63	43,2	10 $\bar{1}$ 1	6	Sphalerit, Pyrit, Markasit
	2,05	56,25	10 $\bar{1}$ 2	6	Galenit
	1,72	68,6	11 $\bar{2}$ 0	3	Pentlandit, Markasit, Goethit
Galenit . .	3,41	33,0	111	4	(Sphalerit), Markasit, Quarz, Baryt
	2,96	38,2	200	3	Chalkopyrit, Pyrrhotin
	2,09	55,2	220	6	Pyrrhotin, Baryt
Pyrit . . .	3,13	36,05	111	4	Sphalerit, Chalkopyrit, Pyrrhotin, Baryt
	2,71	41,85	200	3	Sphalerit, Pyrrhotin, Markasit, Hämatit, Siderit, Dolomit, Baryt
Molybdänit	2,27	50,5	10 $\bar{1}$ 3	6	(Quarz)
	1,83	64,0	10 $\bar{1}$ 5	6	(Quarz)
	1,54	78,1	0008	1	(Quarz)
Magnetit. .	2,10	54,9	400	3	(Hämatit), (Quarz)
Chromit . .	2,08	55,6	400	3	
Hämatit . .	2,69	42,2*	10 $\bar{1}$ 4	3	Pyrit, Ilmenit
	2,51	45,3*	11 $\bar{2}$ 0	3	Pyrit, Magnetit, Ilmenit, (Quarz)
Ilmenit . .	2,75	41,2	10 $\bar{1}$ 4	3	Hämatit
	2,54	44,8	11 $\bar{2}$ 0	3	Magnetit, Hämatit, (Quarz)

* Wegen gegenseitiger Störung etwa bei 41,5 und 46,0 oder aber bei verengter Zählrohrblende zu messen.

Eine zweite Bedingung ist die einer guten *Auswertbarkeit* des Gefügediagramms. Man muß deshalb Reflexe mit hoher Flächenhäufigkeitszahl vermeiden. Abb. 20 und 21 zeigen am Beispiel eines sehr grobkörnigen Chromit-Gefüges, wie unübersichtlich schon bei nur *zwei* Kristallen das Diagramm für den Ikositetraeder-Reflex (311) wird! Bei kubischen Mineralen kommen deshalb praktisch nur (h00)-, (hhh)- oder (hh0)-Reflexe in Frage.

Drittens sollte schließlich der betreffende Reflex möglichst *stark* sein.

Unter Berücksichtigung dieser Bedingungen sind in Tabelle 4 die für die Gefügeanalyse der wichtigsten Erzminerale mit dem Texturgoniometer in Frage

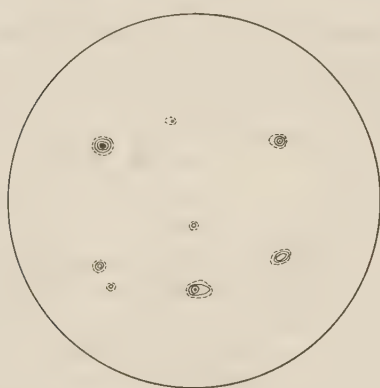


Abb. 20

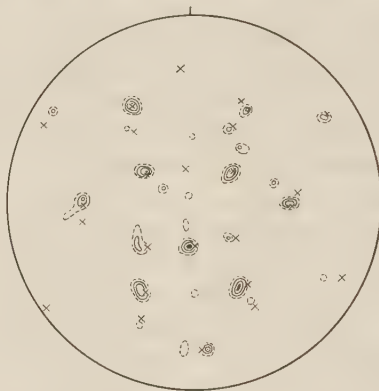


Abb. 21

Abb. 20. Gefügediagramm eines sehr grobkörnigen Chromit-Derberzes von Gölalan (Türkei) mit Schieferung, das fast nur aus zwei großen Kristallen besteht, ||s geschnitten. Gemessen in (400) bei 2θ ($\text{FeK}\alpha$) = $55,6^\circ$, $\tau = 10$ sec, Spiralabstand $2,5^\circ$. Höhen der Einkristallmaxima nach Abb. 9 korrigiert! Isopyknen bei 0,4 (gestrichelt), 1, 2 und 3 Einheiten. — Für beide Kristalle liegt (111) in s

Abb. 21. Wie Abb. 20 (korrigiert!), jedoch gemessen in (311) bei 2θ ($\text{FeK}\alpha$) = $45,5^\circ$. Pro Kristall treten bereits 12 Maxima auf (aus Abb. 20 berechnete Lagen mit Kreuzen markiert)

kommenden Reflexlagen für $\text{FeK}\alpha$ -Strahlung und ihre Indizierung aufgeführt. Dabei wird gleichzeitig angegeben, neben welchen der wichtigsten Begleitminerale (bei *voller* Öffnung der Zählrohrblende) die Verwendung praktisch unmöglich ist.

II. Mikroskopische Methoden der Gefügeanalyse von Erzen

1. Übersicht

Die im Teil I dieser Arbeit behandelten *röntgenographischen* Methoden haben den Vorteil, daß sie für praktisch alle Minerale und auch für alle Gitterrichtungen anwendbar sind, wenn nur die Bedingung erfüllt ist, daß die betreffende Gitterrichtung durch einen genügend starken und nicht koinzidierenden Reflex vertreten ist. Sie haben dagegen den Nachteil, daß sie im Normalfall nur integrierte Daten für die Regelung liefern; die Orientierung von Einzelkörnern ist nur bei sehr großen Kristallen zu erfassen.

Die im folgenden zu besprechenden *optischen* Methoden sind dagegen nur bei bestimmten Mineralen und nur für bestimmte Gitterrichtungen zu verwenden. Man kann mit ihnen aber die Orientierung von Einzelkörnern erfassen, soweit dies nicht grundsätzliche Schwierigkeiten (Zweideutigkeit der rein optischen Meßergebnisse) verhindern. Voraussetzung ist allerdings ausreichende Korngröße.

Man wird also die optischen Methoden dort einsetzen, wo sie den röntgenographischen Methoden überlegen sind oder sie für die Gefügeanalyse vorteilhaft ergänzen können, und zwar:

a) die „kristallographische“ Methode bei Mineralen mit einer genügenden Anzahl von Spaltflächen o. a., insbesondere zur Orientierungsbestimmung von Einzelkörnern (Herstellung von Achsenverteilungsanalysen);

b) die „optischen“ Methoden (i. e. S.) bei einachsigen Erzmineralen zur Ermittlung der Regelung der Achsenrichtungen, wenn für eine röntgenographische Bestimmung brauchbare Basisreflexe fehlen, oder wenn keine röntgenographische Untersuchung durchgeführt werden kann oder soll.

c) beide Methoden an geeigneten Mineralen vor allem auch dann, wenn davon nur geringe Volumanteile in der Probe vorhanden sind, die röntgenographisch kaum oder überhaupt nicht erfaßbar sind.

Zur optischen Gefügeanalyse sind auch die *qualitativen* Beobachtungen zu zählen, die man schon bei der *erzmikroskopischen Durchmusterung* der später gefügeanalytisch zu untersuchenden Anschliffe macht. Bei dieser Prüfung kann man oft neben der Feststellung der überhaupt am Aufbau der Probe beteiligten Minerale schon wichtige Hinweise auf Gefügeregelungen erhalten, wie sie etwa im Buch von P. RAMDOHR⁷⁵ in größerer Zahl angeführt sind. Nahezu gleichzeitiges Auslöschen verschiedener Körner des gleichen Minerals bei + N, annähernd parallele Anordnung von Spaltrissen, Regelungen nach der Kornform usw. können schon deutliche Anhaltspunkte geben und eventuell zu halbquantitativen Aussagen führen, wie dies die Gefügeuntersuchung an *Boulangerit* durch D. SCHACHNER-KORN⁸³ zeigte. Vor allem kann man auf diesem Wege oft schon etwa vorliegende Verteilungsgruppen innerhalb der Anschlifffläche erkennen. Solche Anschliffe sind dann für *röntgenographische* Gefügemessungen nur in Ausnahmefällen geeignet (Kapitel I, 7, a)! Dies gilt auch für Proben mit streifenweiser Anordnung verschiedener Minerale in der Schlifffläche (Kapitel I, 5, d). Die Feststellung von Gefügeheterogenitäten ist aber auch für *optische* Messungen wichtig. Nur hier hat man eventuell die Möglichkeit, durch *getrennte* Erfassung der verschieden geregelten Bereiche etwa um relativ starre Einschlüsse herum (Druckschatten um Pyritkristalle, o. a.) zusätzliche Hinweise auf die *Art der Regelungsvorgänge* zu erhalten („Achsenverteilungsanalyse“ B. SANDER).

Diese qualitativen Beobachtungen kann man teilweise noch durch solche etwa nach der „Hyperbelmethode“ (Kapitel II, 4, g) ergänzen, mit der eventuell schon beim bloßen Durchschieben des Schliffes Verteilungsgruppen zu erkennen sind.

Zur *Literaturauswahl* für die folgenden Abschnitte über die optischen Gefügemethoden im Auflicht muß betont werden, daß es nicht Aufgabe dieser Arbeit sein kann, etwa alle theoretischen Arbeiten über die Optik absorbierender Kristalle zusammenfassend zu referieren. Es ist dazu vor allem auf die letzten Arbeiten von M. BEREK⁶⁻¹⁰, auf CAPDECOMME und ORCEL¹⁸, auf die Arbeiten von F. I. FEDOROV (z. B.³⁵) und auf die Zusammenstellung bei A. F. HALLIMOND⁴⁶ zu verweisen. Hier sollen nur diejenigen Arbeiten herangezogen werden, die für das Verständnis der Methodik nötig sind, oder die näher auf Gefügefragen eingehen.

2. Integrierende Methoden

Wie schon früh von B. SANDER angewandt (SANDER und PERNT⁸¹), kann man grundsätzlich in Dünnschliffen bei optischer Anfärbung (etwa mit Hilfsobjekt Rot I. Ord. bei + N) oder auch einfach bei gekreuzten Nicols Korngruppen mit ähnlicher Orientierung unterscheiden und photometrisch (eventuell mit Farbfiltern) erfassen; vgl. auch W. BORCHERT¹¹.

Grundsätzlich ist auch im *Auflicht* bei monomineralischen anisotropen Erzen eine grobe Feststellung des Regelungsgrades durch photometrische Messungen bei verschiedenen Tischstellungen möglich. Voraussetzungen wären dabei genügende Feinkörnigkeit, völlig einwandfreie Politur, homogene Ausleuchtung und schwache Vergrößerung. Da sich jedoch nur *qualitative* Hinweise auf Regelungen ergeben, sind die übrigen Methoden in fast allen Fällen vorzuziehen.

3. „Kristallographische“ Methoden

Die Methodik der Einmessung „kristallographischer“ Elemente (Spalttrisse, Spaltausbrüche, Zwillingsgrenzen, idiomorphe Kornbegrenzung, usw.) hat D. KORN^{56, 57} bereits ausführlich behandelt. Ergänzend soll noch auf die Arbeit von K. CHUDOBA²² und auf die Diskussion zwischen J. LEONHARDT und D. KORN über Spezialfragen (Oktaederschnitte) im Zbl. Mineral. A, 1934, hingewiesen werden.

Für eine exakte Ermittlung der Orientierung eines Kornanschnittes sind durchweg mehrere derartige Elemente pro Korn erforderlich, die nur in günstigen Fällen schon in ihren *Spuren* in einer einzigen Anschlifffläche die Orientierungsbestimmung gestatten. Entweder sind sonst mehrere Schnitte durch dasselbe Korn oder aber — bei Spaltausbrüchen — Messungen mit Hilfe eines *Universaldrehtisches* für Anschliffe nötig, wie er etwa von H. EHRENBURG²⁸ für die Firma E. Leitz, Wetzlar, entwickelt wurde („UTR 2“). Vorher wurden schon Drehtische für Auflichtsbeobachtungen von M. STRAUMANIS⁸⁴ (zur Einmessung von Ätzfiguren), von F. K. DRESCHER²⁵ und von D. SCHACHNER-KORN⁸⁴ (Fußnote S. 112) konstruiert.

In der Praxis sind Gefügeanalysen von Erzen nach dieser Methode bisher lediglich am *Galenit* (*Bleiglanz*) von D. SCHACHNER-KORN^{83, 84} durchgeführt worden*; von den häufigeren Erzmineralen erfüllt leider nur dieser die Forderung nach einer genügenden Anzahl guter Spaltflächen. Beim Bleiglanz ist diese Methode aber sogar der röntgenographischen Gefügemessung *überlegen*, weil sie Einzelwerte Korn für Korn liefert, so daß für jedes einzelne Korn auch jede andere Gitterrichtung konstruiert werden kann. Dadurch sind auch Gefügediagramme für die anderen Gitterrichtungen und sogar Achsenverteilungsanalysen möglich. Wegen Einzelheiten sei auf die erwähnten Arbeiten von D. SCHACHNER-KORN verwiesen.

Ein weiteres in Erzlagerstätten gelegentlich reichlich vertretenes Mineral, das man nach dieser Methode gefügeanalytisch untersuchen kann, ist der *Fluorit*. Eine erste quantitative Gefügeanalyse von Fluorit in einem Sulfiderz führte schon D. KORN⁵⁵ (im Durchlicht) durch.

Wichtig kann die Auswertung von Spaltflächen teilweise noch für die Klärung der Zweideutigkeit optischer Gefügemessungen an einachsigen Erzmineralen (Kapitel II, 4, d) werden. Bei einachsigen Mineralen mit Basisspaltbarkeit kann man z. B. aus der Einfallsrichtung der Spaltflächen im Einzelkorn ableiten, in welcher der beiden möglichen Richtungen die *c*-Achse aussieht. (Eine Ermittlung des Gefüges direkt aus einer Vermessung der Basisspaltflächen, die ja die Verteilung der *c*-Achsen liefern müßte, scheitert daran, daß — wenn überhaupt Spaltausbrüche erzeugt werden können — die Spaltflächen nur in einem begrenzten Kippbereich auf dem U-Tisch horizontal gestellt und eingemessen werden können.)

4. Auswertung optischer Daten

An Meßmethoden optischer Daten im Auflicht, die für die Gefügeanalyse in Frage kommen sollen, müssen mehrere Bedingungen gestellt werden: a) Richtungsabhängigkeit der Daten; b) ausreichende Meßgenauigkeit der Änderungen mit der Schnittlage; c) möglichst eindeutige Auswertbarkeit; d) geringer Zeitaufwand pro Einzelkorn.

Da die isotropen Erzminerale schon die erste Forderung nicht erfüllen und die rhombischen und niedriger symmetrischen höchstens unter sehr großem Zeitaufwand zu erfassen sind (Kapitel II, 4, f), bleibt für eine sinnvolle Gefügeanalyse mit optischen Daten nur die Gruppe der *optisch einachsigen Erzminerale* übrig. Auf sie allein beziehen sich die folgenden Ausführungen.

* Einzelne Meßdaten gab auch H. EHRENBURG²⁸ an.

Wie im Durchlicht sind aber auch hier nur die Regelungen der optischen Achsen feststellbar; es lassen sich also nur Gefügediagramme der Achsenrichtungen bzw. der Pole der Flächen (001) oder (0001) konstruieren.

Die wichtigsten grundsätzlich in Frage kommenden Meßmethoden wurden vom Verf. bereits kurz besprochen (K. v. GEHLEN³⁷); es sind dies die photometrische Messung der Bireflexion und der Anisotropieeffekte, die Analyse des Schwingungszustandes des reflektierten Lichtes nach M. BEREK⁷ (oder nach A. F. HALLIMOND⁴⁶), und die Vermessung konoskopischer Bilder („Hyperbelmethode“ nach TH. ERNST³²).

Alle diese Methoden arbeiten — wie die normale erzmikroskopische Untersuchung — mit „senkrecht“ Lichteinfall (Auflicht-Hellfeld). Methoden mit schrägem Strahlengang (Auflicht-Dunkelfeld oder einseitige Beleuchtung) kommen bisher für Gefügemessungen nicht in Betracht, abgesehen von den Ätzmethoden (Kapitel II, 5) und der hier nicht näher behandelten Meßmethode von M. BEREK⁸, für die die Angaben im Kapitel II, 4, f, gelten.

Die aufgeführten vier Methoden sind jedoch im Hinblick auf die oben gestellten Bedingungen nicht gleichwertig. Die Anisotropieeffekte sind nicht genau und reproduzierbar genug meßbar, die Methode nach BEREK oder HALLIMOND erfordert einen großen Zeitaufwand, und die „Hyperbelmethode“ liefert meist nur Daten, die für eine quantitative Darstellung zu unempfindlich sind.

So kommt für eine Gefügeanalyse aus optischen Daten im Auflicht bisher praktisch nur die Messung der *Bireflexion* einachsiger Erzminerale in Frage; auf die anderen drei Methoden soll nur kurz eingegangen werden.

In allen Fällen wird die Orientierung aus Azimut und Poldistanz ermittelt, die in beliebigen Schnitten aus optischen Messungen abgeleitet werden. Prinzipiell sind diese Methoden damit der von H. SCHUMANN⁸⁸ entwickelten Orientierungsbestimmung einachsiger Minerale im *Durchlicht* (ohne Drehtisch) ähnlich. Die von ihm angegebene konoskopische Methode ist bei hoch licht- und doppelbrechenden Mineralen sogar der normalen Durchlicht-Drehtischuntersuchung überlegen und kann deshalb bei einzelnen schwach absorbierenden, aber oft schon zu den Erzen gezählten Mineralen wie Rutil oder Cassiterit neben der Bireflexionsmessung für die Orientierungsbestimmung herangezogen werden. Sie hat — wie die Drehkonoskopie — den Vorteil, daß ihre Ergebnisse von vornherein eindeutig sind.

Zu erwähnen ist noch, daß manche Erzminerale im *infraroten* Bereich durchsichtig werden. Über Beobachtungen und Messungen z. B. an Hämatit und Molybdänit berichteten vor allem D. MALMQVIST⁶¹ und R. BAILLY^{4, 5}. Gefügemessungen auf diesem Wege kommen jedoch bisher neben den übrigen Methoden nicht in Betracht.

a) Messung der Bireflexion

Als *Bireflexion* wird die Differenz zwischen maximalem und minimalem Reflexionsvermögen eines einzigen Kornanschnittes im polarisierten Auflicht bezeichnet. Für die Messung kommen also die Apparate für die Messung des *Reflexionsvermögens* in Frage. Hier gibt es zwei Gruppen: Photometer mit visueller und solche mit elektrischer Bestimmung. Nach der Führung des Strahlenganges kann man dabei Ein- und Zweistrahilverfahren unterscheiden. Bei den Zweistrahilverfahren wird der Strahl geteilt; die beiden Strahlen, von denen nur der eine von der Anschlifffläche reflektiert wird, werden verglichen und durch Abschwächung des zweiten Strahles auf gleiche Helligkeit gebracht (visuelle Beobachtung oder Kompensation über ein Nullinstrument). Die Einstrahlverfahren arbeiten dagegen normalerweise mit direkter elektrischer Anzeige des Reflexionsvermögens über eine Photozelle; hier ist allerdings besonderer Wert auf eine gute Stabilisierung der notwendigen Spannungsquellen zu legen. Zur Ermittlung absoluter Werte muß mit einem Vergleichsstandard geeicht werden.

Für Serien von Gefügemessungen an Einzelkörnern muß man schnell die Tischstellungen für maximales und minimales Reflexionsvermögen ermitteln können. Dies ist am besten durch Beobachten des Zeigerausschlages eines Photozelleninstrumentes mit nicht zu starker Dämpfung möglich. In Frage kommen deshalb bisher vor allem *photoelektrisch arbeitende Einstrahl-Photometer*.

Die Gefügemessungen des Verf. wurden zunächst mit einem einfachen Mikro-Belichtungsmeßgerät der Firma Carl Zeiss, Oberkochen, und später mit einer empfindlicheren Photozellenanordnung durchgeführt, die ihm freundlicherweise von Herrn Dr. H. PILLER zur Verfügung gestellt wurde.

Die Wahl der günstigsten *Wellenlänge* des Lichtes richtet sich nach der Dispersion der Bireflexion und der Empfindlichkeit der benutzten Photozelle; von Messungen bei weißem Licht ist abzuraten.

Die in den folgenden Abbildungen dargestellten Eichkurven sind deshalb entweder nur für die *D-Linie* oder aber für vier Standardwellenlängen angegeben. Für die Monochromatisierung wurden Präzisions-Interferenz-Linienfilter („PIL“) der Firma Jenaer Glaswerk Schott & Gen., Mainz, mit den in Tabelle 5 angegebenen Daten benutzt.

Tabelle 5. *Daten der benutzten Präzisions-Interferenz-Linienfilter* (HWB = Halbwertsbreite), nach Angaben der Lieferfirma

Bezeichnung in den Abbildungen	$\lambda_{\max}$ (m μ) $\pm$	HWB 2	Durchlässig- keit T $_{\max}$ (%)
(C)	657 $\pm$ 6		56
(D)	591 $\pm$ 8		60
(Hg)	546 $\pm$ 5,5		52
(F)	486 $\pm$ 5,5		46

Ob unter *Luft-* oder *Ölimmersion* zu messen ist, hängt von der Korngröße, von der Höhe der Bireflexion in beiden Fällen und auch davon ab, ob unter Ölimmersion eventuell störende Innenreflexe zu erwarten sind. Das *Meßverfahren* selbst ist einfach: der Anschliff wird mit einem Objektführer, der parallele Schliffverschiebung gewährleistet, auf den Mikroskopisch gebracht und bei genügend starker Vergrößerung und genügend engen Blenden das Reflexionsvermögen jeweils eines einzelnen Kornes mit der auf den Tubus aufgesetzten Photozellenanordnung gemessen (die auszumessende Fläche muß ausbruch- und kratzerfrei sein und darf nur zu einem einzigen Korn gehören!). Unter der Photozelle wird dann der Mikroskopisch gedreht und die Lichtintensität (als Zeigerausschlag) und die Tischstellungen für die beiden maximalen und die beiden minimalen Ausschläge während einer vollen Tischdrehung notiert. Aus der Mittelung der 90°-Abstände der vier Tischstellungen ergeben sich meist schon mit ausreichender Genauigkeit die Lagen der optischen Symmetrieebenen des Schnittes. Die Symmetrieebene mit der Achse liegt parallel zur Schwingungsrichtung des Polarisators, wenn der Maximalwert (bei $R_e > R_w$) oder der Minimalwert (bei $R_e < R_w$) angezeigt wird. (R_w bleibt von Korn zu Korn innerhalb der Fehlergrenzen gleich; optische Hilfsmittel für die Erkennung des Charakters sind deshalb unnötig). Die Differenz zwischen den Mittelwerten beider Maximal- und beider Minimalausschläge liefert den Wert ΔR für die Bireflexion.

Voraussetzung ist natürlich eine einwandfreie *Politur* des Anschliffes. Auf die einzelnen Verfahren der Schliffherstellung kann hier jedoch nicht eingegangen werden. Es sei dazu auf die Lehrbücher der Erzmikroskopie und die einschlägigen Abschnitte des „Handbuches der Mikroskopie in der Technik“ verwiesen.

Wichtig ist, daß die Messung der Bireflexion – im Gegensatz etwa zur photometrischen Messung der Anisotropieeffekte – gegen *Fehler der Mikroskopjustierung* ziemlich unempfindlich ist, weil ja nur ein Nicol verwandt wird. Die von M. BERÉK⁷ als bei Photozellenmessungen störend angegebenen Streulichtanteile kann man durch Verwendung einer engen Aperturblende und einer engen Leuchtfeldblende weitgehend ausschalten (freundliche Mitteilung von Herrn Dr. H. PILLER).

Bis zu welcher *Korngröße* herunter ein Erz nach dieser Methode zu messen ist, hängt von verschiedenen Faktoren ab: von der Größe der einwandfrei polierten Partien im Einzelkorn, von der Öffnung der Blenden im Strahlengang, von der Empfindlichkeit der Photozelle und der Anzeige und von der Intensität der Lichtquelle. Um den *Meß- und Anzeigefehler* klein zu halten, sind unbedingt stabilisierte Spannungsquellen erforderlich.

Die Genauigkeit der *Gefügemessung* hängt außer von der Größe der Bireflexion und den genannten Fehlerquellen auch vom Verlauf der *Eichkurven* ab (vgl. Abb. 22–24). Zwischen $\varphi = 30^\circ$ und 70° ist der Anstieg meist linear und ziemlich steil, in der Nähe von $\varphi = 0$ und 90° ist er — und mit ihm die Genauigkeit — jedoch ziemlich gering. Diese Angaben betreffen jede der beiden Möglichkeiten pro Einzelkorn; wie genau das gesamte *Gefügediagramm* bestimmt werden kann, hängt zusätzlich von der Frage ab, wie weit die Zweideutigkeit der Meßwerte geklärt werden kann (Kapitel II, 4, d).

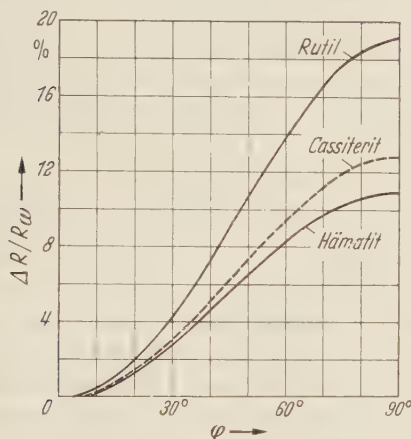


Abb. 22

Abb. 22. Eichkurven für die relative Bireflexion, berechnet ohne Berücksichtigung der Absorption für *Rutil* (aus $n_e = 2,903$, $n_w = 2,616$, G. BÄRWALD), *Cassiterit* = Zinnstein (aus $n_e = 2,095$, $n_w = 1,999$, H. HIMMEL) und *Hämatit* = Eisenglanz (aus $n_e = 2,88$, $n_w = 3,11$, C. FÖRSTERLING*), für Messung in Luft bei Na-D-Licht

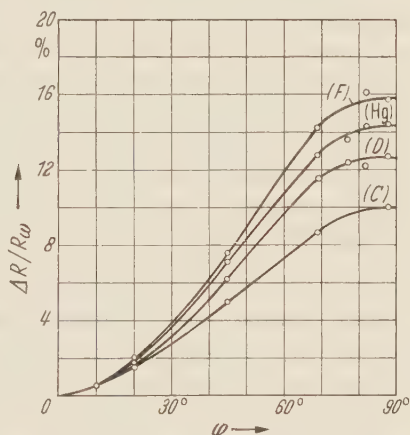


Abb. 23

Abb. 23. Eichkurven für die relative Bireflexion von *Pyrrhotin* (Magnetkies) für verschiedene Wellenlängen (Tabelle 5, S. 374) und Messung in Luft, gemessen an orientierten Schnitten durch Einkristalle von Trepča mit dem neuen Zeiss-Reflexionsmeßgerät

Abb. 24. Eichkurven für die relative Bireflexion von *Covellin* (Kupferindig) für verschiedene Wellenlängen und Messung in Luft, gemessen an orientierten Schnitten durch Einkristalle von Alghero mit dem neuen Zeiss-Reflexionsmeßgerät (Messung Labor Dr. H. PILLER). Gefügemessungen nimmt man hier zweckmäßig im Na-D-Licht vor

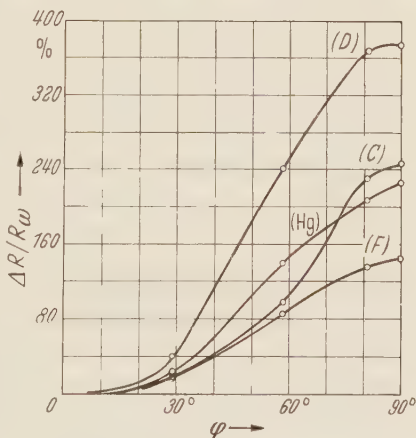


Abb. 24

Der *Zeitbedarf* für derartige Bireflexionsmessungen liegt bei etwa 5 min pro Korn und entspricht damit ungefähr dem für Gefügemessungen im Durchlicht. Zu berücksichtigen ist jedoch, daß zum Teil *zwei* Anschliffe von jeder Probe (zur Klärung der Zweideutigkeit) ausgemessen werden müssen.

b) Eichkurven für die Bireflexionsmethode

Die Eichkurven für die Ermittlung des Winkels zwischen der Schnittnormalen und der *c*-Achse aus der gemessenen Bireflexion lassen sich für einachsige Minerale mit sehr *schwacher* Absorption (die im Dünnschliff noch durchscheinend bleiben)

* Die Ergebnisse von Eichmessungen an orientierten Schnitten von Hämatit stimmen noch innerhalb der Fehlergrenzen mit den so berechneten Kurven überein.

ausreichend genau allein aus den Brechungsindizes berechnen, für die die Indikatrix im einachsigen Fall ein Rotationsellipsoid darstellt.

Bei stärker absorbierenden Mineralen trägt dagegen auch der Absorptionsindex merklich zum Reflexionsvermögen bei. In diesem Fall sind die Bezugskörper für die beiden Indizes für einachsige Minerale zwar ebenfalls noch rotations-symmetrisch, jedoch keine Ellipsoide mehr. Ihre Schnittkurven stellen (außer im Achsenschnitt) nach GONCHARENKO und FEDOROV⁴³ Kurven achten Grades dar, aus denen sich der Gang des Reflexionsvermögens berechnen läßt. Da jedoch nicht alle hierfür nötigen Daten bekannt waren, wurden die Eichkurven für Pyrrhotin, Hämatit und Covellin (Abb. 22—24) durch Messung an orientierten Schnitten durch Einkristalle bestimmt.

Die aus diesen Einzelmessungen zu berechnenden Indexflächen für n und κ (bzw. $n\kappa$) sollen in einer getrennten Veröffentlichung des Verf. nach GONCHARENKO und FEDOROV sowie M. BEREK⁷, S. 52ff., diskutiert werden.

Für die Ermittlung *absoluter* Werte der Bireflexion mit einem Einstrahl-Photometer sind wiederholte Vergleiche mit einem Standardpräparat bekannten Reflexionsvermögens erforderlich. Bei Reihenmessungen für die Gefügeanalyse ist dies jedoch unnötig. Man bezieht dann die gemessenen Differenzen ΔR zweckmäßig auf den ohnehin bei jeder Messung bestimmten Wert für R_ω (beides etwa in Skalenteilen). In den Eichkurven ist deshalb gegen den Neigungswinkel φ (zwischen Schliffformaler und c -Achse) die *relative Bireflexion*

$$\frac{\Delta R}{R_\omega} = \frac{|R_{\varepsilon'} - R_\omega|}{R_\omega}$$

aufgetragen.

Bei der näherungsweisen *Berechnung* unter Vernachlässigung der Absorption geht man von der Lichtbrechung $n_{\varepsilon'}$ in beliebigen Schnitten durchsichtiger einachsiger Kristalle aus (vgl. W. SALOMON⁷⁹):

$$n_{\varepsilon'} = \frac{n_\omega \cdot n_\varepsilon}{\sqrt{n_\omega^2 \cdot \sin^2 \varphi + n_\varepsilon^2 \cdot \cos^2 \varphi}}. \quad (14)$$

Nach Einsetzen in die allgemeine Gleichung für das Reflexionsvermögen nicht absorbierenden Kristalle (N = Lichtbrechung des Immersionsmediums)

$$R = \left(\frac{n - N}{n + N} \right)^2$$

erhält man

$$R_{\varepsilon'} = \left(\frac{n_\omega \cdot n_\varepsilon - N \cdot \sqrt{n_\omega^2 \cdot \sin^2 \varphi + n_\varepsilon^2 \cdot \cos^2 \varphi}}{n_\omega \cdot n_\varepsilon + N \cdot \sqrt{n_\omega^2 \cdot \sin^2 \varphi + n_\varepsilon^2 \cdot \cos^2 \varphi}} \right)^2. \quad (15)$$

Das Reflexionsvermögen für den ordentlichen Strahl ist einfach

$$R_\omega = \left(\frac{n_\omega - N}{n_\omega + N} \right)^2. \quad (16)$$

c) Herstellung der Eichpräparate

Für die Einmessung der Eichkurven war die Herstellung von *orientierten Schnitten* durch Einkristalle nötig. Dazu wurden geeignete Einkristalle auf dem Zweikreisgoniometer justiert und auf dem Schleifgoniometer orientiert zersägt. Da die Schnittflächen teilweise ziemlich klein waren, wurden die Stücke beim Einkitten mit Araldit B (in Bakelitringle 40 mm $\varnothing$ zur Schleifmaschine von G. REHWALD) mit aufgelegten Blechstücken und den vorgesehenen Andrückklammern festgehalten. Ein blasenfreies Einkitten in die Bakelitringle wurde durch einen im Erlanger Mineralogischen Institut gebauten Vakuumtrockenschrank ermöglicht.

Um möglichst gleichmäßige Politur zu gewährleisten, wurden bis zu fünf Eichschnitte zusammen in einen Ring gebracht; außerdem wurden die Ringe mit gleichen Mineralen möglichst gemeinsam als Serie geschliffen und poliert.

Die Schliffherstellung erfolgte mit der verbesserten Graton-Vanderwiltischen Schleif- und Poliermaschine nach G. REHWALD⁷⁷ (Hersteller Firma Depiereux, Düren), die abschließende Politur mit Cr_2O_3 und Al_2O_3 auf rotierender Billardtuchscheibe. Zum Teil wurde auch (besonders bei Hämatit) von Hand mit dem Diamantschleifmittel „Diaplast“ der Firma Winter & Co., Hamburg, gearbeitet.

Da die kleinen Eichstücke trotzdem zum Teil verkippten und außerdem bei unregelmäßigen Kristallflächen die eingekitteten kleinen Stücke nicht immer genau der eingemessenen Schnittlage entsprachen, wurden die fertigen Anschliffe noch einmal zersägt. Die Orientierung der Einzelstücke wurde dann röntgenographisch (Texturgoniometer) kontrolliert und die Stücke nochmals mit den anhaftenden Aralditresten eingekittet, geschliffen und poliert.

Die Eichmessungen wurden mit einem in der Entwicklung befindlichen Reflexionsmeßgerät [Einstrahl-Gerät mit Sekundärelektronen-Vervielfacher (multiplier)] der Firma Carl Zeiss, Oberkochen, durchgeführt. Herrn Dr. H. PILLER danke ich auch an dieser Stelle herzlich für die Möglichkeit, diese Messungen in seinem Labor in Oberkochen durchzuführen.

d) Klärung der Zweideutigkeit der Meßergebnisse

Die größte Schwierigkeit bei der Auswertung von Gefügemessungen nach der Bireflexionsmethode besteht darin, daß die Ergebnisse bei optisch einachsigen Erzmineralen nur für die Schnittwinkel $\varphi = 0^\circ$ und 90° eindeutig sind. Für alle Zwischenlagen gibt es dagegen grundsätzlich zwei Möglichkeiten für die Lage der *c*-Achse. Die Messung liefert nur die Orientierung des optischen Hauptschnittes mit der Achse und ihren Neigungswinkel gegen die Schliffnormale; die Achse kann jedoch nach zwei entgegengesetzten Richtungen in diesem Hauptschnitt geneigt sein.

Ein nach der Bireflexionsmethode aufgenommenes Gefügediagramm muß deshalb zunächst *beide* Möglichkeiten für jede Messung enthalten (vgl. Abb. 25 und 26), wenn nicht schon im *Einzelkorn* eine Klärung (etwa durch Feststellung der Einfallrichtung einer Basisspaltbarkeit, Kapitel II, 3) möglich ist. Bei Einkristallen liefert die Auswertung eines zweiten Schnittes die Entscheidung; zwei zueinander geneigte Anschliffflächen, die dasselbe Korn enthalten, sind bei Derberzen jedoch nur selten möglich.

Deshalb muß man bei Derberzen die Klärung der Zweideutigkeit am *gesamten Gefügediagramm* vornehmen. Dazu kann mit einem *röntgenographisch* bestimmten Gefügediagramm einer anderen Gitterrichtung verglichen werden (vgl. Abb. 30 bis 34). Sind jedoch nur optische Messungen durchgeführt, dann kann man die Klärung durch Aufeinanderwälzen der Gefügediagramme für *zwei verschiedene Schnittrichtungen* erreichen (vgl. Abb. 27). Im allgemeinen Fall kommen dabei nur die reellen Maxima zur Deckung, während die virtuellen getrennt liegen.

Es sind allerdings Spezialfälle denkbar — besonders bei Winkeln zwischen den beiden Anschliffflächen von 45 oder 90° —, bei denen auch nach Aufeinanderwälzen der beiden Diagramme keine Entscheidung möglich ist. Es ist deshalb zu empfehlen, die Schnittflächen etwa unter 60° zueinander zu legen. Bei Gürtelgefügen durch das Zentrum des Diagramms des ersten Anschliffs muß die Normale des zweiten außerhalb des Gürtels liegen.

Voraussetzung für eine solche Klärung der Zweideutigkeit ist jedoch eine *gute Regelung* der Achsenrichtungen; wenn die reellen und die virtuellen Achsenausstichpunkte nicht wenigstens in einem der beiden Diagramme getrennte Häufungen bilden, ist eine eindeutige Klärung nicht durchführbar. Die Klärung gilt selbstverständlich nur für die Regelungsmaxima; abweichende Lagen einzelner Körner sind im Normalfall nicht sicher nachzuweisen.

Für die quantitative Auswertung ist — wie bei Gefügemessungen im Durchlicht mit dem Universaldrehtisch — das *flächentreue* „Schmidtsche Netz“ (Lambertsche Projektion) zu verwenden. Darin ist die Besetzungsdichte wie üblich mit Auszählkreisen usw. zu bestimmen (vgl. B. SANDER⁸⁰, 1948, S. 125 ff. oder D. HOENES⁴⁹, S. 455 ff.). Zur Ermittlung von Winkelbeziehungen oder zum Vergleich mit röntgenographisch bestimmten Gefügedaten anderer Kristallrichtungen sind die gewonnenen Ergebnisse in die stereographische Projektion zu übertragen.

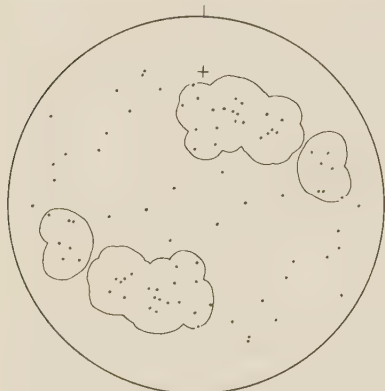


Abb. 25

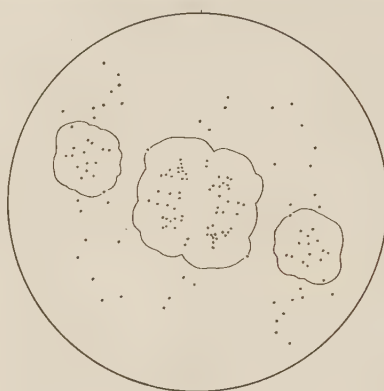


Abb. 26

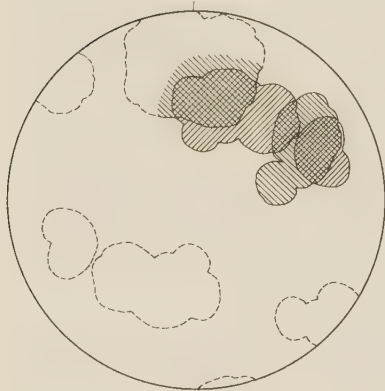


Abb. 27

Abb. 25 u. 26. Zwei Gefügediagramme, gemessen nach der Bireflexionsmethode, für eine *Pyrrhotin*-Derberz-Probe von Bayerland; Schnittflächen unter 56° zueinander geneigt. (Die Mitte von Abb. 26 entspricht der Lage des Kreuzes in Abb. 25). *Flächentreues* Schmidtsches Netz, jeweils *beide* Lagemöglichkeiten eingetragen. Ausgezählt mit Zählkreis von 1% der Projektionsfläche. Abb. 25: je 44 Pole, Isopykne bei 4 Polen in 1% der Fläche (9% der Pole). Abb. 26: je 71 Pole, Isopykne bei 6 Polen in 1% der Fläche (8,5% der Pole)

Abb. 27. Abb. 26 durch Wälzen mit Abb. 25 zur Deckung gebracht. Die reellen Maxima fallen zusammen (schraffiert), die nicht reellen liegen getrennt (gestrichelt)

Als Beispiel sind in Abb. 25 und 26 zwei Gefügediagramme für verschiedene Schnittrichtungen durch dasselbe *Pyrrhotin*-Derberz (nach Bireflexionsmessungen) mit jeweils *beiden* Lagemöglichkeiten für die *c*-Achsen wiedergegeben. Nach dem Aufeinanderwälzen (Abb. 27) ist mit Sicherheit festzustellen, daß die obere Regelungsgruppe der Abb. 25 reell ist, die untere dagegen nicht. (Dieses Ergebnis konnte durch Vergleich mit einem röntgenographisch gewonnenen (1120)-Diagramm der gleichen Probe bestätigt werden). In der Mitte der Abb. 26 ist dagegen keine sichere Klärung möglich. — Die nicht völlige Deckung der reellen Maxima in Abb. 27 rührt von der zu geringen Kornzahl her (die ungenügende Reproduzierbarkeit von Einzelheiten gilt auch für die meisten aller im Durchlicht gemessenen Gefügediagramme; vgl. Kapitel I, 7, a), sie kann aber zusätzlich durch eine schwache Inhomogenität des Regelungsgrades beeinflusst sein.

Die grundsätzliche Zweideutigkeit der Meßergebnisse gilt in gleicher Weise auch für die folgenden drei optischen Methoden; die Klärung ist wie hier beschrieben vorzunehmen.

e) Photometrische Messung der Anisotropieeffekte

Man könnte die Kornorientierungen auch durch photometrische Erfassung der *Anisotropieeffekte* bei gekreuzten Nicols bestimmen. Wegen einer Reihe

prinzipieller Schwierigkeiten sind solche Messungen bisher jedoch noch nicht mit ausreichender Genauigkeit möglich.

Als erste Schwierigkeit ist die sehr *geringe Intensität* des bei $\perp N$ reflektierten Lichtes zu nennen. Nach M. BERÉK⁶ werden bei Hämatit und Nickelin (Rotnickelkies) in den 45°-Stellungen größenordnungsmäßig 0,02—0,1 % des auffallenden Lichtes (in Luft) bzw. 0,03 bis 0,15 % (bei Ölimmersion) reflektiert. Zur quantitativen Erfassung derart geringer Intensitäten sind sehr empfindliche Meßgeräte erforderlich, wie sie sich noch in der Entwicklung befinden.

Zum zweiten werden solche Meßwerte sehr stark schon von geringen *Fehlern der optischen Anordnung*, insbesondere der Nicolkreuzung (vgl. M. BERÉK⁶ und die Justieranleitungen bei A. F. HALLIMOND⁴⁶) wie auch der *Politur* beeinflusst. Schon geringe Kratzer können Lichtintensitäten in gleicher Größenordnung wie die anisotrope Aufhellung reflektieren!

Vor allem aber wirkt hier der hohe relative *Streulichtanteil* des bei $\perp N$ reflektierten Lichtes störend. M. BERÉK¹⁰ schrieb deshalb sogar: „Es ist allerdings von vornherein ausichtslos, diese Aufhellung, ähnlich wie das Reflexionsvermögen, photometrisch zu messen; denn der Anteil des Streulichts zwischen gekreuzten Nicols ist sehr hoch, manchmal sogar noch stärker als selbst die anisotrope Aufhellung.“ Zahlenwerte für diesen Streulichtanteil gab kürzlich H. PILLER⁷³ an, er wies aber gleichzeitig auch auf einen Weg zu seiner Verminderung hin, der auf einen Vorschlag von E. HEYSE⁴⁸ zurückgeht. Man kann auf diesem Wege bei normaler Beobachtung im Erzmikroskop eine wesentliche Kontraststeigerung erreichen.

f) Messung des Schwingungszustandes des reflektierten Lichtes

Für die zahlenmäßige Erfassung der Anisotropieeffekte eines opaken Minerals ist eine photometrische Messung der Aufhellung bei gekreuzten Nicols grundsätzlich nicht so gut geeignet wie eine Analyse des *Schwingungszustandes* des reflektierten Lichtes, für die M. BERÉK⁷ eine Methode und das „Okular mit elliptischem Analysator“ (Fa. E. Leitz, Wetzlar) entwickelte. Wesentliche Bestandteile sind ein drehbarer Analysator und ein drehbarer Glimmerkompensator.

Insbesondere wäre die Größe $\frac{\nu^2}{1 + \tau^2} \cdot \bar{R}$ (M. BERÉK⁹) für Orientierungsbestimmungen an einachsigen Erzmineralen geeignet, „die für die Aufhellung zwischen gekreuzten Nicols im Auflicht ebenso charakteristisch ist wie die Doppelbrechung im durchfallenden Licht“ (M. BERÉK). Leider ist jedoch die Absicht M. BERÉKs⁹ (S. 188) nicht mehr zur Ausführung gekommen, eine Apparatur zu entwickeln, mit der seine Werte ν und τ direkt meßbar sein sollten.

Man kann den Berekschen Wert ν (oder auch R_2/R_1 , das ebenfalls stark von der Schnittlage abhängt) zwar auch nach der Methode von M. BERÉK⁷ bestimmen. Für eine *Gefügeanalyse* ist jedoch der große *Zeitaufwand* nachteilig, der pro Korn einschließlich der nötigen Rechnungen etwa eine halbe Stunde beträgt. Man wird deshalb dieses Verfahren oder auch das prinzipiell sehr ähnliche von A. F. HALLIMOND⁴⁶, S. 122ff. (zu den Unterschieden vgl. auch E. N. CAMERON¹⁶) doch nur in seltenen Fällen für gefügeanalytische Zwecke heranziehen.

Bei *niedriger symmetrischen* Erzmineralen dürfte eine Gefügeanalyse auf optischem Wege allerdings höchstens mit *diesen* Methoden möglich sein, weil man hier mehrere Bestimmungsstücke pro Korn erhält. Wegen des gegenüber den Röntgenmethoden ungleich höheren Arbeitsaufwandes wurde jedoch hier auf eine Untersuchung dieser Möglichkeiten verzichtet.

Als apparative Ausrüstung ist bei den früheren Auflichtmikroskopen der Firma E. Leitz, Wetzlar, das erwähnte „Okular mit elliptischem Analysator“ erforderlich. Beim Mikroskop Standard GFL Pol. mit Opakilluminator der Firma Carl Zeiss genügt ein zusätzlicher Brace-Köhler-Kompensator (ein um die Tubusachse drehbares $\lambda/10$ -Präparat), weil der Analysator bereits drehbar und mit einem Nonius versehen ist. Dies gilt auch für ähnliche neuere Mikroskope anderer Firmen. Entsprechende Einrichtungen an amerikanischen und englischen Mikroskopen haben TURNER, BENFORD und McLEAN⁹⁶, A. F. HALLIMOND⁴⁶ und zusammenfassend E. N. CAMERON¹⁶ beschrieben.

Wegen Einzelheiten der Gefügemessung sei auf die Mitteilung des Verf. (K. v. GEHLEN³⁷) verwiesen; es sind Eichkurven für die weitere Auswertung nötig. Die Klärung der Zweideutigkeit der Meßergebnisse erfolgt nach Kapitel II, 4, d.

Wichtig ist die BEREKSche Methode noch für eine andere Frage: der Wert τ stellt bei optisch einachsigen Erzmineralen ein empfindliches Kriterium für die Qualität der *Politur* dar (vgl. M. BEREK⁷ oder TURNER, BENFORD u. McLEAN⁹⁶).

g) Konoskopische Methode („Hyperbelmethode“ nach TH. ERNST)

Für die Einstellung der Schwingungsrichtungen im Auflicht mit dem „Okular mit elliptischem Analysator“ benutzte schon M. BEREK⁷ *konoskopische Bilder*; als erster bildete sie G. F. NEUERBURG⁷⁰ ab, der sie bei Verwendung der Bertrand'schen Linse erhielt. Seine Beobachtungen wurden später von CAMERON und GREEN¹⁷ überprüft und weiter ausgebaut.

Praktisch gleichzeitig mit G. F. NEUERBURG wies aber schon TH. ERNST in einer Diskussionsbemerkung auf einer Tagung der Mineralogischen Vereinigung (Bonn 1947)³² erstmals auf die *Gesetzmäßigkeiten* solcher Bilder und zweitens auf ihre Brauchbarkeit für die *Gefügeanalyse* hin.

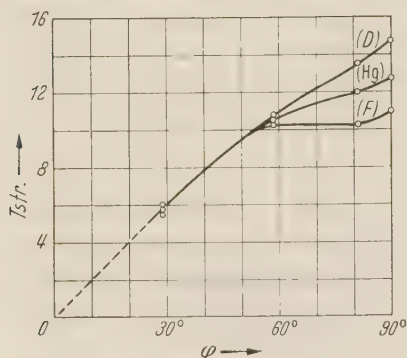


Abb. 28

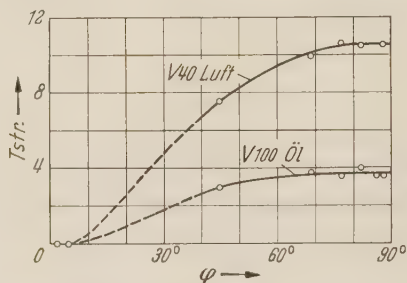


Abb. 29

Abb. 28. Eichkurven für Messungen nach der „Hyperbelmethode“ an *Covellin* (Kupferindig), gemessen an orientierten Schnitten durch Kristalle von Alghero. Gültig für die benutzte Anordnung: Zeiss-Standard-Mikroskop GFL Pol mit Opakilluminator, Meßokular 10 $\times$ Pol, Objektiv 100/1,30 Öl Aufl., unter *Ölimmersion*. Benutzte Wellenlängen siehe Tabelle 5. (Im roten Licht waren keine Messungen möglich.) Als Ordinate ist der Hyperbelabstand in 45°-Stellung in Okularteilstrichen angegeben.

Abb. 29. Eichkurven für Messungen nach der „Hyperbelmethode“ an *Pyrrhotin* (Magnetkies), gemessen an orientierten Schnitten durch Kristalle von Trepten. Anordnung wie bei Abb. 28, jedoch einmal mit Objektiv 40/0,65 Aufl. in *Luft*, einmal mit Objektiv 100/1,30 Öl Aufl. unter *Ölimmersion* gemessen. Weißes Licht ohne Farbfilter.

Man erhält diese konoskopischen Bilder im Auflichtmikroskop einfach nach Entfernen des Okulars; zum Messen verwendet man ein Mikrometer-Okular zusammen mit der Bertrand'schen Linse. Bedingung für vollständige Bilder ist normalerweise nur, daß als Umlenkvorrichtung das Glasplättchen benutzt wird.

Streng genommen handelt es sich um die Beobachtung eines in der bildseitigen Öffnung des Objektivs vorhandenen Lichtquellenbildes zwischen gekreuzten Nicols, das durch die optische Anisotropie des Objektes beeinflusst wird.

Im einachsigen Fall beobachtet man beim Achsenschnitt (wie bei isotropen Mineralen) ein stehendes Kreuz. Mit der Neigung der Schnittnormalen zur *c*-Achse zunehmend öffnet sich das Kreuz bei voller Tischdrehung viermal zu zwei Hyperbeln und verhält sich damit wie ein Schnitt senkrecht zur spitzen Bisectrix eines zweiachsigen Minerals im Durchlicht. Der Abstand der beiden Hyperbeln in 45°-Stellung ändert sich mit der Schnittlage. Wie schon TH. ERNST³² angab, ist der Zusammenhang nicht linear; Eichkurven dafür zeigen Abb. 28 und 29.

Für die *Orientierungsbestimmung* (K. v. GEHLEN³⁷) ist einmal die Kenntnis der Tischstellungen für das geschlossene Kreuz nötig; die beiden optischen Symmetrieebenen liegen

dann parallel den Schwingungsrichtungen der Nicols. Die optische Achse liegt in demjenigen Hauptschnitt, der in 45° -Stellung die beiden Hyperbeln schneidet (entsprechend der Lage der Achsenebene im Durchlichtbild senkrecht zur spitzen Bisectrix). Den Hyperbelabstand mißt man in Diagonalstellung mit einem Mikrometerokular und ermittelt daraus über die Eichkurve den Neigungswinkel φ . Zur Klärung der Zweideutigkeit vgl. wieder Kapitel II, 4, d.

Die Brauchbarkeit dieser eleganten und schnell durchführbaren Methode ist leider durch die *Meßgenauigkeit* der Hyperbelabstände begrenzt. Wie im Durchlicht sind auch hier die Hyperbeln grundsätzlich unscharf, im Gegensatz dazu aber besonders auch an den Stellen stärkster Krümmung, die den Achsenlagen im Durchlichtbild entsprechen würden. Deshalb sind die Hyperbelabstände vor allem bei kleinen Öffnungswinkeln schlecht zu messen.

Beim *Pyrrhotin* (Abb. 29) lassen sich aus diesem Grunde und wegen des Verlaufs der Eichkurve praktisch nur drei Gruppen von Schnittrichtungen unterscheiden: solche mit geringer (einschließlich Achsenschnitt), mit mittlerer und mit großer Neigung zur *c*-Achse. Beim *Covellin* (Abb. 28) ist die Meßgenauigkeit bei nicht zu kleinen Neigungswinkeln deutlich größer. Hier muß man aber wegen der hohen Dispersion in streng monochromatischem Licht arbeiten (mindestens Präzisions-Linienfilter). Die Messungen führt man hier (wie schon bei der Bireflexion, vgl. Abb. 24, S. 375) zweckmäßig im gelben Licht der D-Linie durch.

Beim Zeiss-Standard-Mikroskop mit Opakilluminator erwies sich das Objektiv 40/0,65 Aufl. Pol. als am günstigsten für die Beobachtung und Messung; nur beim Covellin wichen die Hyperbeln dann noch über den Rand des Gesichtsfeldes hinaus auseinander, so daß hier das Objektiv 100/1,30 Oel Aufl. Pol. benutzt werden mußte. — Die Eichkurven gelten jeweils nur für die verwandte Apparatur.

Für *qualitative* oder *halbquantitative* Gefügeuntersuchungen ist diese Methode wegen ihres sehr geringen Zeitbedarfs sehr zu empfehlen, wenn nur das betreffende einachsige Erzmineral genügend große Hyperbelabstände zeigt. Für quantitative Darstellungen (Konstruktion von Gefügediagrammen) ist dagegen die Bireflexionsmethode wesentlich genauer.

5. Methoden mit chemischer Vorbehandlung der Schiffe

Abschließend ist noch auf eine Gruppe weiterer optischer Methoden der Orientierungsbestimmung hinzuweisen, die in der Metallkunde weit verbreitet sind. Bei ihnen ist eine chemische Vorbehandlung der Schiffe nötig. Eine neuere Übersicht über diese Methoden gab H. KOSTRON⁶⁸.

Hierher gehören die verschiedenen *Ätzmethoden*, die vor allem von G. TAMMANN für Orientierungsbestimmungen an Metallen entwickelt wurden. Man kann *Ätzfiguren* erzeugen und diese dann einzelnen vermessen, was allerdings oft schwierig ist. Meist werden deshalb *Schimmermethoden* angewandt, bei denen die Gesamtheit der Ätzflächen eines Kornes (nach „Kornflächenätzung“) bei bestimmter Orientierung zur Richtung des einfallenden Lichtes einen Lichtschimmer reflektiert. Daneben sind auch schon Messungen des *Reflexionsvermögens* geätzter Metallkörner bei $+N$ durchgeführt und zur quantitativen Bestimmung von Metalltexturen benutzt worden (z. B. NEWTON und VACHER⁷¹). Einen Übergang zu den folgenden Methoden stellt die Auswertung einer „Schraffurätzung“ (H. KOSTRON) dar.

Bei der zweiten Methodengruppe wird nicht die Metalloberfläche teilweise weggelöst, sondern es werden *zusätzliche Oberflächenschichten* erzeugt. Für die Gefügeanalyse ist wichtig, daß es in manchen Fällen auch gelingt, durchsichtige doppelbrechende Oberflächenschichten *orientiert* zu den einzelnen Metallkörnern aufzubringen. Interferenzfarben und Auslöschungsstellungen (nach Reflexion an der Metalloberfläche bei $+N$) lassen dann die Orientierung der Kristalle der Oberflächenschicht und damit auch die Orientierung der Metallkörner erkennen. Zu nennen sind hier etwa die qualitativen Untersuchungen von HONE und PEARSON⁵¹ am Aluminium und vor allem die von ERNST und LAVES³³ am *Magnesium*, wo derartige halbquantitative Bestimmungen — besonders empfindlich bei Verwendung des „Gipsblattes

in Subparallelstellung“ nach LAVES und ERNST⁶⁰ — zur Aufklärung des bis dahin teilweise unbekannten Verformungsverhaltens geführt haben.

Quantitative Bestimmungen (Konstruktion von Gefügediagrammen) wären nach dieser Methode bei Parallelverwachsungen der Achsenrichtungen eines einachsigen Metalls und einer einachsigen Oberflächenschicht mit der von H. TSCHOEPKE⁹⁵ angegebenen Methode der Doppelbrechungsmessung durchsichtiger Kristalle im Auflicht durchführbar, wobei die Ergebnisse allerdings wieder zweideutig wären.

Für die *Erzgefügeuntersuchung* sind derartige Methoden quantitativer Art bisher noch nicht eingesetzt worden. Sie kämen zunächst nur für völlig *monomineralische* Erze — entsprechend den bisherigen Untersuchungen an Metallen — in Frage. Bei Erzen mit *mehreren* Mineralen dürfte dagegen die Reproduzierbarkeit auch dann kaum zu gewährleisten sein, wenn man (nach einem Vorschlag von Herrn Prof. ERNST) ein nicht dissoziierendes Lösungsmittel für die Ätzflüssigkeit verwendet. Bei Wasser als Lösungsmittel gelten selbstverständlich alle Vorbehalte, die zuletzt von P. RAMDOHR⁷⁵, S. 183ff., und H. SCHNEIDERHÖHN⁸⁶, S. 175ff., ausgesprochen wurden.

Da diese Methoden besonders der röntgenographischen Gefügeanalyse mit dem Texturgoniometer in der *Aussagesicherheit* für *quantitative* Messungen unterlegen sind, wurde vorerst davon abgesehen, Reihenversuche zur Ermittlung geeigneter chemischer Reaktionen bei Erzen anzustellen.

III. Schluß

Im Rahmen dieser zunächst rein methodischen Arbeit soll nur noch ein weiteres Beispiel folgen, das nach den Einzelbeispielen röntgenographischer Messungen am Hämatit (Abb. 5 und 6), am Pyrit (Abb. 11—13), am Sphalerit (Abb. 14) und am Chromit (Abb. 20 und 21) Gefügediagramme von *Pyrrhotin* (Magnetkies) zeigt. Der Pyrrhotin ist für Gefügemessungen als ziemlich verbreitetes einachsiges Erzmineral besonders geeignet, zumal bei ihm — wenn nötig — vier günstig gelegene Reflexe für *röntgenographische Messungen* herangezogen werden können. Da jedoch kein brauchbarer Basisreflex vorhanden ist, müssen zur direkten Feststellung der Regelung der *c*-Richtung *optische* Messungen durchgeführt werden.

Vom gleichen Anschliff eines sehr pyrrhotin-reichen Derberzes aus dem M-Lager der Kieslagerstätte Bayerland bei Waldsassen (Opf.) wurden röntgenographisch Gefügediagramme für die Reflexe (1010), (1120), (1011) und (1012) aufgenommen (Abb. 30—33). Sie weisen deutliche Regelung in Gürteln um die röntgenographisch nicht direkt faßbaren Maxima der (0001)-Pole auf. Allerdings zeigen besonders Abb. 30 und 31, daß nicht nur ein einziges scharfes (0001)-Maximum, sondern zwei ziemlich nahe beieinander liegende vorhanden sein müssen. Dies geht auch aus der unsymmetrischen Anordnung der Maxima auf den Gürteln in allen vier Diagrammen hervor. Direkt bestätigt wird dieser Befund durch eine *optische* Gefügeanalyse nach der Bireflexionsmethode (Abb. 34), die die Regelung der (0001)-Pole liefert. Das reelle und das nicht reelle Regelungsmaximum (vgl. Kapitel II, 4, d) lassen sich hier schon durch den Vergleich mit Abb. 30—33 eindeutig unterscheiden.

Das orientiert mitten aus dem Lager entnommene Derberz von Bayerland, an dem makroskopisch weder *s*-Flächen noch *b*-Achsen mit Sicherheit zu erkennen waren, weist also trotzdem eine ausgezeichnete Einregelung der Basisflächen des Pyrrhotins auf. Sichere Schlüsse hinsichtlich der Prägung dieser *s*-Fläche in Ergänzung der Gefügeuntersuchung der Grube Bayerland durch W. SPROSS⁹³ können jedoch erst nach Bearbeitung eines größeren Materials gezogen werden.

Wenn auch in diesem einfachen Fall die röntgenographische Gefügemessung kaum zusätzliche Regelungsdaten gegenüber der optischen erkennen läßt — so

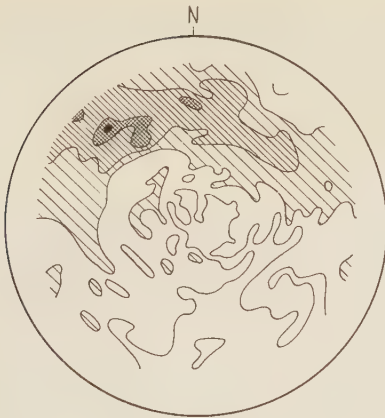
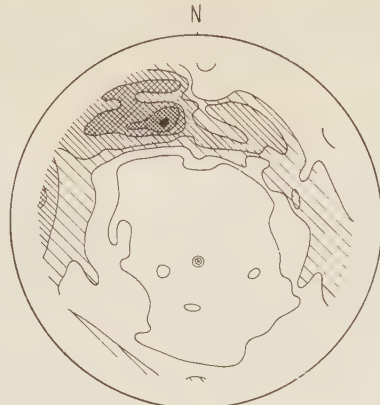
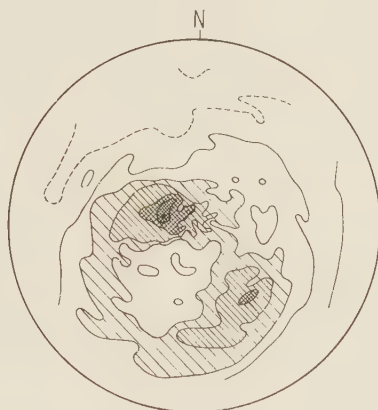
Abb. 30: $(10\bar{1}0)$ Abb. 31: $(11\bar{2}0)$ Abb. 32: $(10\bar{1}1)$ Abb. 33: $(10\bar{1}2)$

Abb. 30—34. Fünf Gefügediagramme des gleichen Schnittes durch ein Pyrrhotin-Derberz, Grube Bayerland, M-Lager, abgescherter Teil, 180 m-Sohle, Koordinaten $\times 202411/y 54214$. Abb. 30: röntgenographisch gemessen in $(10\bar{1}0)$ bei 2θ ($\text{FeK}\alpha$) = $37,0^\circ$, $\tau = 8,5$ sec, Isopyknen bei 1, 2, 3, 4 und 5 Einheiten. Abb. 31: röntgenographisch gemessen in $(11\bar{2}0)$ bei 2θ ($\text{FeK}\alpha$) = $68,6^\circ$, $\tau = 8,5$ sec, Isopyknen bei 1, 2, 3, 4, 5 und 6 Einheiten. Abb. 32: röntgenographisch gemessen in $(10\bar{1}1)$ bei 2θ ($\text{FeK}\alpha$) = $43,2^\circ$, $\tau = 8,5$ sec, Isopyknen bei 1, 2, 3, 4, 5 und 6 Einheiten. Abb. 33: röntgenographisch gemessen in $(10\bar{1}2)$ bei 2θ ($\text{FeK}\alpha$) = $56,0^\circ$, $\tau = 8,5$ sec, Isopyknen bei 1, 2, 3, 4, 5 und 6 Einheiten. Abb. 34: optisch gemessen (Bireflexionsmethode), (0001). Aus flächentreuer in die stereographische Projektion übertragen. 46 Pole. Isopyknen bei 2, 4, 6 Polen in 1% der Fläche. Gestrichelt = nicht reelle zweite Möglichkeit. Der Schnitt liegt horizontal; alle fünf Diagramme sind stereographische Projektionen der unteren Halbkugel

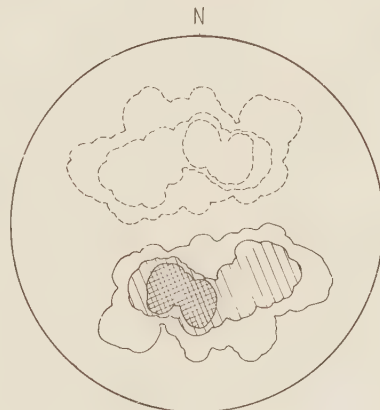


Abb. 34: (0001)

daß hier eventuell schon die Messung nach der Bireflexionsmethode allein genügt hätte —, so geht doch aus dem Beispiel hervor, wie zweckmäßig bei komplizierteren Regelungen eine Kombination röntgenographischer und optischer

Gefügemessungen ist, wie sie schon vor 30 Jahren von B. SANDER (in SANDER und SACHS⁸²) empfohlen wurde. Dies gilt insbesondere dann, wenn neben der Frage nach der Regelung der optischen Achsen einachsiger Minerale auch die nach der Regelung anderer Gitterrichtungen gestellt wird. Im Falle des Pyrrhotins würde man dann von den dargestellten vier röntgenographischen Meßmöglichkeiten die geeignetste auswählen.

Für röntgenographische Gefügemessungen soll hier noch einmal die Forderung erhoben werden, daß möglichst nur solche Proben untersucht werden sollten, die in bezug auf den Regelungsgrad *homogen* sind. Dies gilt nicht nur für den Schlibfbereich (wegen der wechselnden Stellung und Größe des Röntgenflecks), sondern — wie für jede gefüge-analytische Untersuchung — auch im großen, wenn keine Spezialuntersuchung der lokalen Gefüge-inhomogenitäten beabsichtigt ist.

„Es kann die Gefügeanalyse in günstigen Fällen mehrere zeitlich aufeinanderfolgende Beanspruchungen zu erkennen gestatten, es kann aber umgekehrt bei komplizierteren Verhältnissen wie Verknetungen von hartem und weichem Material und lokal ganz schnell wechselnden Verhältnissen eine solche Analyse von vornherein zwecklos sein, d. h. sie würde ... nur belanglose — wenn auch exakte — Teilresultate, gültig für kleinste Erstreckung, geben“ (P. RAMDOHR⁷⁶, S. 218). Einer Erzgefügeuntersuchung hat also im Normalfall eine gründliche Bearbeitung der betreffenden Lagerstätte vorauszugehen!

Auf die Methodik der Gefügesynthese (der Ausdeutung der erhaltenen Gefügediagramme) wie auch auf die grundsätzlichen Möglichkeiten, für die *Kristallphysik* wichtige Schlüsse aus Gefügeregelungen von Einzelmineralen zu ziehen, soll in dieser Arbeit nicht eingegangen werden. Die neuen Meßmöglichkeiten geben jedoch der *Erzgefügeforschung* ein wesentlich weiteres Betätigungsfeld als bisher, so daß hier wohl schon bald neue Erkenntnisse zu erwarten sind. Außerdem läßt sich die hier dargestellte Methodik der Gefügemessung mit dem Zählrohr-Texturgoniometer natürlich auch bei *durchsichtigen* Kristallarten anwenden; hier öffnen sich insbesondere für die Gefügeuntersuchung *feinkörniger Gesteine* wie auch *keramischer Körper* neue Wege.

Zusammenfassung

Im Rahmen der Gefügekunde geologischer Körper ist die *Regelung opaker Minerale* bisher nur in sehr geringem Maße untersucht worden. Dies hatte vor allem methodische Gründe. Zwar führte schon 1933 D. SCHACHNER-KORN eine erste Untersuchung der Methoden für eine quantitative Gefügeanalyse von Erzmineralen durch. Damals kam hierfür jedoch praktisch nur eine Einmessung von Spaltflächen, Zwillinglamellen usw. unter dem Mikroskop in Frage.

Inzwischen haben sich die Meßmöglichkeiten so sehr erweitert, daß es angebracht erschien, eine neue Methodik der Gefügeanalyse von Erzen auszuarbeiten. Neben den alten Methoden, die insbesondere beim Galenit (Bleiglanz) ihre Bedeutung behalten, können für die *optische* Orientierungsbestimmung einachsiger Erzminerale neue Methoden einer Messung optischer Daten angegeben werden, vor allem einer quantitativen Bestimmung der Bireflexion.

Während aber die verschiedenen mikroskopischen Methoden jeweils nur für einen begrenzten Kreis von Mineralen in Frage kommen, ist die *röntgenographische* Gefügeanalyse allgemein anwendbar, besonders auch für sehr feinkörnige Proben und für die Ermittlung der Regelung optisch nicht erfaßbarer Kristallrichtungen, wenn nur genügend starke und günstig gelegene Reflexe vorhanden sind. In den von der Metallkunde entwickelten Zählrohr-Texturgoniometern stehen jetzt Geräte zur Verfügung, die mit relativ geringem Zeitaufwand eine fast unmittelbare Aufnahme von Gefügediagrammen gestatten.

Allerdings treten bei der Untersuchung mehrphasiger Proben zusätzliche Schwierigkeiten auf, die bisher in der Metallkunde nicht berücksichtigt zu werden brauchten. Es werden deshalb eingehend die Grundlagen der Messung mit Texturgoniometern behandelt und — wo nötig — weiterentwickelt. Gegenüber den Meßverfahren mit normalen Zählrohrgoniometern bestehen einige wesentliche Unterschiede.

Die abgeleitete Methodik für die Gefügeanalyse mit Zählrohr-Texturgoniometern ist naturgemäß in ihrer Anwendung nicht auf Erze beschränkt, sondern kann auch für Orientierungsmessungen an allen anderen ein- oder mehrphasigen Gemischen verschiedener Kristallarten (Gesteine, keramische Körper o. a.) zugrunde gelegt werden.

Abschließend möchte ich zuerst Herrn Prof. Dr. TH. ERNST herzlich für die erste Anregung zu einer methodischen Untersuchung über Erzgefüge, für seine tatkräftige Unterstützung und sein stetes Interesse am Fortgang der Arbeit danken.

Der Firma Siemens & Halske AG., Karlsruhe, danke ich für die zunächst leihweise Überlassung eines Texturgoniometers an das Mineralogische Institut der Universität Erlangen. Der Firma Carl Zeiss, Oberkochen, insbesondere Herrn Dr. H. PILLER, danke ich für die Ermöglichung der Messungen mit dem neu entwickelten Reflexionsmeßgerät sowie für die leihweise Überlassung einer Photozellenanordnung. Herrn Prof. Dr. C. W. CORRENS möchte ich für die leihweise Überlassung eines Berek'schen Meßokulars und eines Mikrophotometers aufrichtig danken, außerdem Herrn Prof. Dr. P. RAMDOHR, Herrn Doz. Dr. H. HÜTTENHAIN, Herrn Doz. Dr. H. MEIXNER und Herrn Doz. Dr. A. HELKE für die Übermittlung geeigneten Probenmaterials. Herrn Dr.-Ing. E. KRAUME und Herrn Dr.-Ing. W. SPROSS danke ich für die Erlaubnis zur Probenahme in den Gruben Rammelsberg und Bayerland.

Herrn Dr. W. FORKEL danke ich herzlich für manche Diskussionen und manche apparative Hilfe sowie für die kritische Durchsicht des Manuskriptes. Für die Durchsicht von Teilen des Manuskriptes möchte ich auch Herrn Dr. H. PILLER und meinem Bruder G. v. GEHLEN Dank sagen. Meiner lieben Frau danke ich für ihre Mithilfe bei der Auswertung der Registrierkurven des Texturgoniometers.

Literatur

- ¹ ALEXANDER, L., and H. P. KLUG: Basic aspects of X-ray absorption in quantitative diffraction analysis of powder mixtures. *Anal. Chem.* **20**, 886—889 (1948).
- ² ALEXANDER, L., E. KUMMER and H. P. KLUG: Dead time and non-linearity characteristics of the Geiger-counter X-ray spectrometer. *J. appl. Phys.* **20**, 735—740 (1949).
- ³ American Society for Testing Materials: Tentative method for preparing quantitative pole figures of metals. A.S.T.M. Standards, E 81—49 T, 1949; E 81—54 T, 1954.
- ⁴ BAILLY, R.: Utilisation des radiations infra-rouges dans les recherches minéralogiques et en particulier pour la détermination des minéraux opaques. *Bull. Soc. franç. Minéral.* **70**, 49—152 (1947).
- ⁵ BAILLY, R.: Infrared light for mineral determination. *Amer. Mineralogist* **33**, 519—531 (1948).
- ⁶ BEREK, M.: Die Anisotropieeffekte zwischen gekreuzten Nicols im Auflicht. *Z. Kristallogr.* **89**, 125—143 (1934).
- ⁷ BEREK, M.: Optische Meßmethoden im polarisierten Auflicht. *Fortschr. Mineral., Kristallogr., Petrogr.* **22**, 1—104 (1937).
- ⁸ BEREK, M.: Ein mikroskopisches Verfahren zur Bestimmung der komplexen Brechungsindizes für homogene Lichtwellen in optisch isotropen und anisotropen absorbierenden Medien. *Mitt. Leitz-Werke* Nr 63, 1—10 (1941).
- ⁹ BEREK, M.: Zur Messung der Stärke des Anisotropieeffekts zwischen gekreuzten Nicols im Auflicht. *Neues Jb. Mineral., Geol., Paläont., Mh., Abt. A* 185—188 (1943).
- ¹⁰ BEREK, M.: Die anisotrope Aufhellung zwischen gekreuzten Nicols im Auflicht. *Optik* **II** **23**, 332—341 (1947).
- ¹¹ BORCHERT, W.: Photometrie von Dünnschliffen. *Fortschr. Mineral.* **28**, 21 (1950).
- ¹² BRAITSCH, O.: Quantitative Auswertung einfacher Gefügediagramme. *Heidelb. Beitr. Mineral. u. Petrogr.* **5**, 210—226 (1956).
- ¹³ BRAITSCH, O.: Über die natürlichen Faser- und Aggregationstypen beim SiO₂, ihre Wachstumsformen, Richtungsstatistik und Doppelbrechung. *Heidelb. Beitr. Mineral. u. Petrogr.* **5**, 331—372 (1957).
- ¹⁴ BRINDLEY, G. W.: The effect of grain or particle size on X-ray reflections from mixed powders and alloys. *Philos. Mag.* (7) **36**, 347—369 (1945).
- ¹⁵ BUNK, W., K. LÜCKE u. G. MASING: Zur Anwendung des Zählrohres für die Texturbestimmung. *Z. Metallkunde* **45**, 269—275 (1954).

- ¹⁶ CAMERON, E. N.: Apparatus and techniques for the measurement of certain optical properties of ore minerals in reflected light. *Econ. Geol.* **52**, 252—268 (1957).
- ¹⁷ CAMERON, E. N., and L. H. GREEN: Polarization figures and rotation properties in reflected light and their application to the identification of ore minerals. *Econ. Geol.* **45**, 719—754 (1950).
- ¹⁸ CAPDECOMME, L., et J. ORCEL: Détermination des propriétés optiques des cristaux opaques à l'aide du microscope métallographique polarisant. *Rev. Opt. théor. instrument.* **20**, 47—114 (1941).
- ¹⁹ CARAPEZZA, M.: Studio delle orientazioni regolate nelle rocce a mezzo dello spettrometro a raggi X. *Rendic. Soc. Miner. Ital.* **13**, 131—134 (1957).
- ²⁰ CHERNOCK, W. P., and P. A. BECK: Analysis of certain errors in the X-ray reflection method for the quantitative determination of preferred orientations. *J. appl. Phys.* **23**, 341—345 (1952).
- ²¹ CHERNOCK, W. P., M. H. MUELLER, H. R. FISH and P. A. BECK: An automatic X-ray reflection specimen holder for the quantitative determination of preferred orientation. *Rev. Sci. Instrum.* **24**, 925—928 (1953).
- ²² CHUDoba, K.: Über die Festlegung kristallographischer Richtungen in opaken Mineralien und Erzen im auffallenden Licht. *Zbl. Mineral., Geol., Paläont., Abt. A* 14—18 (1930).
- ²³ DAWSON, W. E.: A simple method for determining the orientation and structure of crystals with X-rays. *Philos. Mag.* (7) **5**, 756—768 (1928).
- ²⁴ DECKER, B. F., E. T. ASP and D. HARKER: Preferred orientation determination using a Geiger counter X-ray diffraction goniometer. *J. appl. Phys.* **19**, 388—392 (1948).
- ²⁵ DRESCHER, F. K.: Ein großes Universal-Drehinstrument zur Gefügeuntersuchung. *Zbl. Mineral., Geol., Paläont., Abt. A* 167—172 (1932).
- ²⁶ DRESCHER-KADEN, F. K.: Zur Darstellung des Regelungsgrades eines Gefüges. *Tschermaks min. petr. Mitt.* (3) **4**, 159—177 (1954).
- ²⁷ DUNN, C. G.: The analysis of quantitative pole-figure data. *J. appl. Phys.* **25**, 233—236 (1954).
- ²⁸ EHRENBURG, H.: Ein neuer Universaldrehtisch für Anschliffe und seine Anwendungsmöglichkeiten. *Erzmetall* **3**, 65—69 (1950).
- ²⁹ ENGELHARDT, W. v.: Über die Möglichkeit der quantitativen Phasenanalyse von Tonen mit Röntgenstrahlen. *Z. Kristallogr.* **106**, 430—459 (1955).
- ³⁰ ENGELHARDT, W. v.: Möglichkeiten der quantitativen Phasenanalyse von Tonen mit Röntgenstrahlen. *Geol. Fören. Föhr.* **81**, 374—388 (1959).
- ³¹ ENGELHARDT, W. v., u. S. HAUSSÜHL: Röntgenographische Phasenanalyse grobkristalliner Gesteine. *Chem. d. Erde* **20**, 155—161 (1960).
- ³² ERNST, TH.: Diskussionsbemerkung (1947). *Fortschr. Mineral.* **26**, 54 (1950).
- ³³ ERNST, TH., u. F. LAVES: Über die Verformung des Magnesiums und seiner Legierungen. *Z. Metallkunde* **40**, 1—12 (1949).
- ³⁴ FAIRBAIRN, H. W.: *Structural petrology of deformed rocks.* Cambridge/Mass.: Addison-Wesley 1949.
- ³⁵ FEDOROV, F. I.: *Optik anisotroper Medien.* 1958. [Russisch.] Nach ⁴³.
- ³⁶ FIELD, M., and M. E. MERCHANT: Reflection method of determining preferred orientation on the Geiger counter spectrometer. *J. appl. Phys.* **20**, 741—745 (1949).
- ³⁷ GEHLEN, K. v.: Eine Gefügeanalyse von Magnetkies (Pyrrhotin, ~ FeS). *Naturwissenschaften* **44**, 394—395 (1957).
- ³⁸ GEHLEN, K. v.: Beispiele von Gefügeregelungen optisch isotroper und anisotroper Erzminerale und Methoden zu ihrer Untersuchung. (Vortrag 1959.) *Fortschr. Mineral.* **38** (1960).
- ³⁹ GEISLER, A. H.: Crystal orientation and pole figure determination. In: *Modern research techniques in physical metallurgy*, pp. 131—153. Cleveland/Ohio: Amer. Soc. Metals 1953.
- ⁴⁰ GEISLER, A. H.: Automatic pole figure recorder. *Rev. Sci. Instrum.* **25**, 727—732 (1954).
- ⁴¹ GEISLER, A. H.: Spurious areas in pole figures. *J. appl. Phys.* **25**, 1245—1249 (1954).
- ⁴² GLOCKER, R.: *Materialprüfung mit Röntgenstrahlen unter besonderer Berücksichtigung der Röntgenmetallkunde*, 3. Aufl. Berlin-Göttingen-Heidelberg: Springer 1949.
- ⁴³ GONCHARENKO, A. M., and F. I. FEDOROV: Surfaces of refraction and absorption of absorbing crystals. *Kristallografija* **3**, 592—598 (1958). [Engl. Übersetzung.]

- ⁴⁴ GREWEN, J., A. SEGMÜLLER u. G. WASSERMANN: Zählrohr-Verfahren mit einem neu-entwickelten Probenhalter zur Darstellung von Texturen in quantitativen Polfiguren. Arch. Eisenhüttenwes. **29**, 115—118 (1958).
- ⁴⁵ HAESSNER, F.: Zur Ermittlung von Texturen metallischer Werkstoffe mit Zählrohr-verfahren. Metall **12**, 89—95, 1094—1101 (1958).
- ⁴⁶ HALLIMOND, A. F.: Manual of the polarizing microscope. York/England: Cooke, Troughton & Simms 1953.
- ⁴⁷ HEY, M. H.: The determination of the orientation of section planes of meteoritic irons. Mineral. Mag. **26**, 141—166 (1942).
- ⁴⁸ HEYSE, E.: Über Anwendung von polarisiertem Licht zur Erzielung von Reflexfreiheit bei Auflichtbeleuchtung. Zeiss-Nachr. (1), H. 7, 1—6 (1934).
- ⁴⁹ HOENES, D.: Mikroskopische Grundlagen der technischen Gesteinskunde. In H. FREUND, Handbuch der Mikroskopie in der Technik, Bd. IV/1, S. 321—695. 1955.
- ⁵⁰ HOLDEN, A. N.: A spiral-scanning X-ray reflection goniometer for the rapid determination of preferred orientations. Rev. Sci. Instrum. **24**, 10—12 (1953).
- ⁵¹ HONE, A., and E. C. PEARSON: Grain orientation in aluminum revealed by anodic film. Metal Progress **53**, 363—366 (1948).
- ⁵² HUTTENLOCHER, H.: Die Blei-Zinklagerstätten von Goppenstein (Wallis). Beitr. Geol. Schweiz, Geotechn. Ser. **16**, H. 2 (1931).
- ⁵³ JAHNKE u. EMDE: Tafeln höherer Funktionen, 4. Aufl. Leipzig: Teubner 1948.
- ⁵⁴ KLUG, H. P., and L. E. ALEXANDER: X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials. New York and London: Wiley & Sons, Chapman & Hall 1954.
- ⁵⁵ KORN, D.: Ein deformiertes Flußspat-Quarz-Kupferkiesgefüge aus einer mittelschwedischen Sulfidlagerstätte. Neues Jb. Mineral., Geol., Paläont., Abh., Abt. A, Beil.-Bd. **66**, 433 bis 459 (1933).
- ⁵⁶ KORN, D.: Zur Lagebestimmung opaker Erze und Metalle im Mikroskop. Neues Jb. Mineral., Geol. Paläont., Abh., Abt. A, Beil.-Bd. **67**, 428—461 (1933).
- ⁵⁷ KORN, D.: Die Lagebestimmung opaker Mineralien im Mikroskop. In H. SCHNEIDERHÖHN u. P. RAMDOHR, Lehrbuch der Erzmikroskopie, Bd. I/1, S. 265—302. Berlin: Borntraeger 1934.
- ⁵⁸ KOSTRON, H.: Metallographische Arbeitsverfahren zur kristallographischen Indizierung von Kornschnittflächen. Mikroskopie (Wien) **6**, 362—372 (1951).
- ⁵⁹ KRATKY, O.: Ein Röntgengoniometer für die Polykristalluntersuchung. Z. Kristallogr. **72**, 529—540 (1930).
- ⁶⁰ LAVES, F., u. TH. ERNST: Die Sichtbarmachung des Charakters (+ bzw. —) äußerst schwacher Doppelbrechungseffekte. Naturwissenschaften **31**, 68—69 (1943).
- ⁶¹ MALMQVIST, D.: Mikrophotographische Aufnahmen von Achsenbildern opaker Mineralien im Ultrarot. Zbl. Mineral., Geol., Paläont., Abt. A, 209—213 (1935).
- ⁶² MUELLER, M. H., and H. W. KNOTT: Quantitative pole figures for sheet material by the reflection technique. Rev. Sci. Instrum. **25**, 1115—1118 (1954).
- ⁶³ MÜNZNER, H., u. P. SCHNEIDERHÖHN: Das Sehnenschnittverfahren. Heidelb. Beitr. Mineral. u. Petrogr. **3**, 456—471 (1953).
- ⁶⁴ NEFF, H.: Ein neues Zählrohrgoniometer für die Texturbestimmung an Blechen. Z. Metallkunde **47**, 646—649 (1956).
- ⁶⁵ NEFF, H.: Texturbestimmungen mit einem Zählrohrgoniometer. Siemens-Z. **31**, 23—30 (1957).
- ⁶⁶ NEFF, H.: Texturbestimmung mit Röntgenstrahlen. Arch. techn. Mess. **5**, 9114—9122 75—78 (1959).
- ⁶⁷ NEFF, H.: Grundlagen und Anwendung der Röntgen-Feinstruktur-Analyse. München: Oldenbourg 1959.
- ⁶⁸ NEFF, H., u. P. PAULITSCH: Bestimmung natürlicher Korngefüge mit dem Zählrohr-goniometer. Naturwissenschaften **46**, 490 (1959).
- ⁶⁹ NEFF, H., u. P. PAULITSCH: Röntgenographische Bestimmung der Hämatitregel in natür-lichen Gefügen. Neues Jb. Mineral., Abh. **94** (RAMDOHR-Festschr., im Druck).
- ⁷⁰ NEUERBURG, G. J.: Optical figures obtained with the reflecting microscope. Amer. Mineralogist **32**, 527—546 (1947).
- ⁷¹ NEWTON, C. J., and H. C. VACHER: Correlation of polarized light phenomena with the orientation of some metal crystals. J. Res. nat. Bur. Standards **53**, 1—12 (1954).

- ⁷² PAULITSCH, P.: Fortschritte in der Gefügekunde. Fortschr. Mineral. **35**, 184—211 (1958).
- ⁷³ PILLER, H.: Kontraststeigerung in der Auflichtmikroskopie. Zeiss-Werk-Z. **7**, 87—91 (1959).
- ⁷⁴ RAMDOHR, P.: Beobachtungen an durchbewegten Erzen von Routivare, Nordschweden. Geol. Fören. Förh. **67**, 367—388 (1945).
- ⁷⁵ RAMDOHR, P.: Die Erzminerale und ihre Verwachsungen. Berlin: Akademie-Verlag 1950.
- ⁷⁶ RAMDOHR, P.: Spezielle mineralogische Untersuchung der eigentlichen Lagerstätte. In E. KRAUME, Die Erzlager des Rammelsberges bei Goslar. Beih. Geol. Jb. **18**, 176—229 (1955).
- ⁷⁷ REHWALD, G.: Eine neue Schleif- und Poliermaschine für die Anfertigung von Erz- und Metallanschliffen. Fortschr. Mineral. **31**, 17—19 (1953).
- ⁷⁸ SAGEL, K.: Tabellen zur Röntgenstrukturanalyse. Anl. f. d. chem. Laboratoriumspraxis. VIII. Berlin-Göttingen-Heidelberg: Springer 1958.
- ⁷⁹ SALOMON, W.: Über die Berechnung des variablen Werthes der Lichtbrechung in beliebig orientirten Schnitten optisch einaxiger Mineralien von bekannter Licht- und Doppelbrechung. Z. Kristallogr., Mineral., **26**, 178—187 (1896).
- ⁸⁰ SANDER, B.: Einführung in die Gefügekunde der geologischen Körper. 2 Bde. Wien u. Innsbruck: Springer 1948/50.
- ⁸¹ SANDER, B., u. M. PERNT: Zur petrographisch-tektonischen Analyse. I. Jb. geol. Bundesanst. **73**, 183—253 (1923).
- ⁸² SANDER, B., u. G. SACHS: Zur röntgenoptischen Gefügeanalyse von Gesteinen. Z. Kristallogr. **75**, 550—571 (1930).
- ⁸³ SCHACHNER-KORN, D.: Ein metamorphes Erzgefüge. Heidelberg. Beitr. Mineral. u. Petrogr. **1**, 407—426 (1948).
- ⁸⁴ SCHACHNER-KORN, D.: Ein Wachstums- und ein Rekristallisationsgefüge von Bleiglanz aus einer rheinischen Lagerstätte. Tschermaks min. petr. Mitt. (3) **4**, 111—116 (1954).
- ⁸⁵ SCHNEIDERHÖHN, H.: Anleitung zur mikroskopischen Bestimmung und Untersuchung von Erzen und Aufbereitungsprodukten besonders im auffallenden Licht. Berlin: Ges. Dt. Metallh. u. Bergl. 1922.
- ⁸⁶ SCHNEIDERHÖHN, H.: Erzmikroskopisches Praktikum. Stuttgart: Schweizerbart 1952.
- ⁸⁷ SCHULZ, L. G.: A direct method of determining preferred orientation of a flat reflection sample using a Geiger counter X-ray spectrometer. J. appl. Phys. **20**, 1030—1033 (1949).
- ⁸⁸ SCHUMANN, H.: Optische Bestimmung der räumlichen Orientierung einachsiger Minerale ohne Drehtisch. Neues Jb. Mineral., Geol., Paläont., Abt. A, Beil.-Bd. **75**, 110—134 (1939).
- ⁸⁹ SILVERMAN, E. N., and TH. F. BATES: X-ray diffraction study of orientation in the Chattanooga shale. Amer. Mineralogist **45**, 60—68 (1960).
- ⁹⁰ SIMONS, H.: Über Auftreten und Aufbau einiger mittelschwedischer Sulfidlagerstätten. Diss. T. H. Aachen 1922 (Mskt.).
- ⁹¹ SINGER, J.: Jig for aligning specimens on pole figure goniometers. Rev. Sci. Instrum. **26**, 963—964 (1955).
- ⁹² SMOLUCHOWSKI, R., and R. W. TURNER: Continuous pole figure study of magnetic recrystallization. Physica **16**, 397—401 (1950).
- ⁹³ SPROSS, W.: Gefügeanalyse und tektonische Geschichte der Grube „Bayerland“ im Oberpfälzer Wald. Neues Jb. Mineral., Abh. **86**, 393—436 (1954).
- ⁹⁴ STRAUMANIS, M.: Über den Abbau von Metallkristallen durch Ätzmittel. Z. Kristallogr. **75**, 430—448 (1930).
- ⁹⁵ TSCHOEFKE, R.: Die Bestimmung der Doppelbrechung durchsichtiger Minerale im Auflicht. Neues Jb. Mineral., Abh. **90**, 7—38 (1957).
- ⁹⁶ TURNER, A. F., J. R. BENFORD and W. J. MCLEAN: A polarized light compensator for opaque minerals. Econ. Geol. **40**, 18—33 (1945).
- ⁹⁷ WAINWRIGHT, C.: The use of the Geiger-Müller counter X-ray spectrometer in an X-ray laboratory, with special reference to automatic recording. Brit. J. appl. Phys. **2**, 157—163 (1951).
- ⁹⁸ WASSERMANN, G.: Texturen metallischer Werkstoffe. Berlin: Springer 1939.

Dr. KURT V. GEHLEN,
Mineralogisches Institut der Universität, Erlangen, Schloßgarten 5

Lebenslauf

Am 9. Februar 1927 wurde ich, KURT WILHELM HEINRICH VON GEHLEN, als 1. Sohn des Kaufmanns ERICH VON GEHLEN und seiner Ehefrau GRETTEL, geb. HUCKE, geboren. Ich besuchte die Volksschule 1933—1937 in Kiel, die Oberschule 1937—1944 in Kiel und (vorübergehend) in Radebeul bei Dresden. 1943—1944 war ich 18 Monate lang als Marinehelfer eingesetzt und wurde dann zum Arbeitsdienst und Wehrdienst eingezogen. Beim Verlassen der Schule erhielt ich den Reifevermerk. Im April 1945 geriet ich in amerikanische Kriegsgefangenschaft, aus der ich im August 1946 entlassen wurde. Dort erhielt ich 1946 auf einer Lagerschule in Marseille das Reifezeugnis, das später an der Universität München als zum Studium berechtigend anerkannt wurde.

Im Sommer-Semester 1947 begann ich das Studium der Geologie und Mineralogie an der Universität München; im Sommer 1948 legte ich dort die Diplom-Geologen-Vorprüfung ab. Nach 2 Semestern Studium der Mineralogie an der Universität Freiburg i. Br. und 2 weiteren an der Universität Göttingen kehrte ich zur Fertigstellung meiner bei Herrn Prof. Dr. H. SCHNEIDERHÖHN begonnenen mineralogischen Doktorarbeit im Schwarzwald nach Freiburg i. Br. zurück und wurde dort am 13. Dezember 1952 zum Dr. rer. nat. promoviert.

Im Frühjahr und Sommer 1953 führte ich einen lagerstättenkundlichen Forschungsauftrag der Eisenwerk-Gesellschaft Maximilianshütte AG., Sulzbach-Rosenberg, aus. Seit dem 1. August 1953 bin ich als Verwalter einer Assistentenstelle und seit dem 1. Dezember 1953 als wissenschaftlicher Assistent am Mineralogischen Institut der Universität Erlangen tätig.

Seit dem 31. März 1956 bin ich mit GABRIELE, geb. VON ROEDER, verheiratet.

